

VŠB – Technická univerzita Ostrava  
Fakulta strojní  
Katedra mechanické technologie

Vliv zatěžující síly indentoru na výslednou hodnotu tvrdosti dle  
Vickerse vybraných typů slinutých karbidů

Effect of Loading Force on the Indentor for Vickers Hardness  
Value of Selected Cemented Carbides

Student:

Zdeněk Žižka

Vedoucí bakalářské práce:

prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.

Ostrava 2013

## Zadání bakalářské práce

Student: **Zdeněk Žížka**  
Studijní program: B2341 Strojírenství  
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie  
Téma: **Vliv zatěžující síly indentoru na výslednou hodnotu tvrdosti dle Vickerse  
vybraných typů slinutých karbidů**  
**Effect of Loading Force on the Indenter for Vickers Hardness Value of  
Selected Cemented Carbides**

Zásady pro vypracování:

1. Rozbor mechanických vlastností skupin reprezentantů slinutých karbidů.
2. Popis metodiky měření tvrdosti slinutých karbidů dle Vickerse.
3. Realizace série měření mikrotvrdosti s variantní zatěžující silou indentoru.
4. Sestavení relace hodnot tvrdosti slinutých karbidů dle chemického složení a struktury.

Seznam doporučené odborné literatury:

HUMÁR, A. *Slinuté karbidy a řezná keramika pro obrábění*. 1. vydání. Brno: CCB spol. s.r.o. 1995. 265 s.  
KHUN, H. et al. *ASM Handbook First Edition. Vol. 8, Mechanical Testing and Evaluation*. Ohio,  
Materials Park: ASM International 2000  
ČSN EN 23878 - Tvrdokovy. Zkouška tvrdosti podle Vickerse  
ASTM E92 - Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materi

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí bakalářské práce: **prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.**

Datum zadání: 14.12.2012

Datum odevzdání: 20.05.2013



  
prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.  
vedoucí katedry

  
doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.  
děkan fakulty

### **Místopřísežné prohlášení studenta**

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 20.5.2013


  
.....

podpis studenta

### Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- беру на вѣдомі, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на вѣдомі, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 20.5.2013.....

  
.....  
podpis

Jméno a příjmení autora práce:

Zdeněk Žižka

Adresa trvalého pobytu autora práce:

Vrchlického 1722/16

787 01 Šumperk

## ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

**ŽIŽKA, Z.** *Vliv zatěžující síly indentoru na výslednou hodnotu tvrdosti dle Vickerse vybraných typů slinutých karbidů: bakalářská práce.* Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2013, 47s. Vedoucí práce: Hrubý, J.

V této bakalářské práci je popsáno několik vybraných základních typů slinutých karbidů. Jsou popsány slinuté karbidy a také jejich mechanické vlastnosti, zejména s důrazem na jejich tvrdost. Tato práce se zaměřuje především na měření tvrdosti slinutých karbidů lišících se obsahem jak pojivé tak i tvrdé fáze a velikostí jejich zrn. Popisem vlivu rozdílné struktury zkoušeného materiálu na jeho mechanické vlastnosti, zejména pak jeho výslednou tvrdost. Experimentální část je věnována samotnému měření a vyhodnocení naměřených hodnot s určením vlastností jednotlivých vzorků a jejich možnosti využití pro další aplikace.

## ANOTATION OF BACHELOR THESIS

**ŽIŽKA, Z.** *Effect of Loading Force on the Indentor for Vickers Hardness Value of Selected Cemented Carbides: Bachelor Thesis.* Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2013, 47 p. Thesis head: Hrubý, J.

This work presents some selected basic types of sintered carbides; their description and their mechanical properties, with particular emphasis on their hardness. The Thesis focuses on measuring the hardness of sintered carbides that differ in contents of both binder and hard phase, and size of grains. It further describes the influence, the difference of the structures of the tested material has on its mechanical properties, in particular its final hardness. The experimental section is devoted to the measurement and evaluation of the measured values and the determination of the properties of each of the samples and their potential use in diverse applications.

## Obsah

	strana
Seznam použitých zkratk a symbolů .....	7
Úvod .....	8
1 Charakteristika slinutých karbidů .....	9
1.1 Vývoj slinutých karbidů .....	9
1.2 Základní rozdělení a značení slinutých karbidů .....	10
1.3 Struktura slinutých karbidů .....	11
1.4 Vlastnosti slinutých karbidů typu WC-TiC-TaC.NbC-Co .....	13
1.5 Výchozí materiály slinutých karbidů .....	15
1.6 Povlakované slinuté karbidy .....	18
1.7 Metody povlakování slinutých karbidů .....	20
1.7.1 Metoda PVD povlakování .....	21
1.7.2 Metoda CVD povlakování .....	21
2 Experimentální část .....	23
2.1 Obecný popis metody měření .....	23
2.2 Představení zkušebních zařízení .....	24
2.3 Příprava zkušebních vzorků .....	26
2.4 Představení zkušebních vzorků .....	27
2.5 Měření .....	33
2.5.1 Nastavení měřících přístrojů .....	33
2.5.2 Vlastní měření .....	35
2.5.3 Vyhodnocení naměřených hodnot .....	43
3 Závěr .....	46
4 Použitá literatura .....	47

## Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka/Symbol	Jednotka	Popis
CVD	[-]	Metoda povlakování (chemické nanášení z plynů)
HV	[-]	Tvrdost dle Vickerse
HV10	[-]	Tvrdost dle Vickerse měřená zatížením 10kg
HV30	[-]	Tvrdost dle Vickerse měřená zatížením 30kg
PVD	[-]	Metoda povlakování (nanášení odpařením)
PQ	[-]	Houževnatost materiálu dle Palmqvista
Ra	[-]	Drsnost povrchu materiálu
SEM	[-]	Rastrovací elektronový mikroskop
SK	[-]	Slinutý karbid
rpm	[m/s]	Obvodová rychlost rotačních těles

## Úvod

Slinuté karbidy jsou jedním z nejznámějších a také nejpoužívanějších materiálů vyráběných práškovou metalurgií. Slinuté karbidy jsou vyráběny v různých tvarech s různorodým použitím, jako jsou např. vyměnitelné břitové destičky, nebo monolitní nástroje. Velmi často se povlakuji tvrdými povlaky z karbidů, nitridů, oxidů, nebo jejich vzájemnými kombinacemi. Velice široké pole využití mají zejména mezi nástrojovými materiály, kde se používají pro obrábění vysokými rychlostmi posuvu. Tomuto napomáhá jejich neustálý vývoj, který má za následek nejen změnu jejich chemických vlastností, ale i zlepšení jejich vlastností mechanických.

Tato práce se bude zabývat právě mechanickými vlastnostmi několika vybraných typů nepovlakovaných slinutých karbidů a to měřením tvrdosti slinutých karbidů na bázi Karbidu Wolframu (WC), karbidu Titanu (TiC), Karbidu Tantalů a Karbidu Niobu (TaC.NbC), s obsahem Kobaltu (Co) v pojivě fázi. Měření proběhne na vzorcích, jež se budou od sebe vzájemně lišit obsahem tvárné fáze (pojiva), tak i obsahem tvrdé fáze a velikostí zrn. Experimentální část bude uskutečněna ve firmě Pramet Tools Šumperk, s.r.o., na přístroji pro měření tvrdosti, kde bude následně měření i překontrolováno na elektronovém mikroskopu. Tvrdost bude přeměřena na 7 vzorcích destiček ze slinutých karbidů. Následně se vyhodnotí vliv rozdílné struktury zkoušeného materiálu na jeho mechanické vlastnosti, zejména pak na jeho výslednou tvrdost.



# 1 CHARAKTERISTIKA SLINUTÝCH KARBIDŮ

## 1.1 Vývoj slinutých karbidů

Během přelomu 19. a 20. století se pokoušelo mnoho vědců o výrobu umělého diamantu pro využití v obrábění tvrdých materiálů. Tato snaha sice k odhalení umělých diamantů nevedla, zato se však podařilo pomocí elektrické obloukové pece vyvinout jiné materiály, které také vykazovaly velkou tvrdost a to boridy, karbidy a silicidy. První úspěšné použití karbidu wolframu bylo pro odléváním vytvořené drátové průvlaky.

Obor práškové metalurgie se začal rozvíjet počátkem 20. století, kdy Karl Schrötr a Heinrich Baumhauer vyvinuli v německé společnosti Osram spojením tvrdého karbidu a kobaltu materiál známý jako Hartmetall, který spojoval vlastnosti jako tvrdost a houževnatost, a našel své využití pro své vlastnosti jako řezný materiál. Hartmetall, umožnil zvýšení řezných rychlostí a stal se materiálem, který určil směr dalšího vývoje slinutých karbidů.

Dalším z významných vědeckých průkopníků byl Friedrich Krupp, jenž získal patent na výrobu karbidů wolframu. Jeho rozsáhlý výzkum v tomto oboru vyvrcholil výrobou produktu Widia, jenž obsahoval kobalt – 6% a karbid wolframu - 94%. Produkt Widia pracoval při 2-3 krát větších řezných rychlostech než jakýkoliv jiný materiál tehdejší doby, což znamenalo největší pokrok v tomto oboru od vynálezu rychlořezné oceli. Přes velkou ekonomickou náročnost při výrobě se obdoby tohoto materiálu dále rozšířily, a jejich praktické využití se ukázalo jako výhodné. Docházelo k nepřetržitému pokroku a také produkci nových typů karbidů, např. karbidu wolfram-titanu, jenž se ukázal jako velice účinný při obrábění oceli.

Historický vývoj se nadále začal ubírat dvěma směry a to snahou o úplné vyloučení karbidu wolframu z materiálů (materiály označované jako „cermety“), tyto jsou nadále považovány jako samostatná skupina nástrojových materiálů a naopak materiály, které byly vyráběny na základě karbidů wolframu.

Za významný bod ve vývoji slinutých karbidů jsou považovány jemnozrnné materiály, jež se začaly využívat koncem 60. let minulého století, u nichž lze bez snížení tvrdosti

zvýšit pevnost. Během 90. let minulého století nastal vývoj submikronových slinutých karbidů (submikronové slinuté karbidy mají při shodné tvrdosti vždy lepší mechanické vlastnosti oproti standardním slinutým karbidům) a wolframových prášků, kdy velké množství výrobců produkovalo materiály s obsahem kobaltu 3-15%, s přísadami VC, nebo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , i když nejrozšířenější byl zřejmě  $\text{TaC.NbC}$ .

V současné době slinuté karbidy nacházejí uplatnění především při obrábění oceli. Toto však není jejich jediná oblast, ve které se dokázaly uplatnit a můžeme se s nimi setkat také ve šperkařství, u nástrojů pro těžbu uhlí, ve zbrojním průmyslu, nebo při výrobě dílů odolných proti abrazivnímu a erozivnímu opotřebení. Využitím těchto materiálů se zvyšuje životnost dílů a tím se samozřejmě zvyšuje produktivita a snižují náklady.

## 1.2 Základní rozdělení a značení slinutých karbidů

V současnosti nejrozšířenějším řezným materiálem jsou slinuté karbidy. Rozdílnost jednotlivých typů bylo potřeba popsat s všeobecnou platností. Proto byl v systému ISO pro ně vyvinut systém značení. Slinuté karbidy se dle normy ČSN ISO 513 označují:

- HW – slinuté karbidy s obsahem primárního WC, pojivem Co a zrnitostí větší než  $1\mu\text{m}$
- HF – slinuté karbidy s obsahem primárního WC, pojivem Co a zrnitostí menší než  $1\mu\text{m}$
- HC – povlakované slinuté karbidy

Rozdělení do jednotlivých skupin a podskupin, ze kterých lze snadno rozpoznat využití slinutých karbidů je vidět v tabulce 1. Dvoumístným číslem jsou označeny podskupiny, přičemž číslo vyjadřuje jejich mechanické vlastnosti. Platí při tom že: při zvyšujícím se čísle podskupiny klesá pevnost v ohybu a houževnatost, přičemž roste tvrdost a otěruvzdornost.

Tento systém se využívá u velké většiny výrobců při volbě vhodného řezného nástroje. Počet skupin však u všech není stejný a je možné setkat se s rozdělením do tří až pěti skupin, kdy se některé skupiny slučují.

Skupina	Podskupiny	Základní chemické složení	Obráběný materiál
<b>P</b>	P01, P05, P10, P15, P20, P25, P30, P35,  P40, P45, P50	WC (30-82%) + TiC (8-64%) + Co (5-17%) + TaC.NbC	pro obrábění materiálů, dávajících dlouhou plynulou třísku uhlíkové oceli třídy 10, 11, 12 legované oceli tříd 13. 14. 15. 16 nástrojové oceli uhlíkové (191..., 192..., 193...) nástrojové legované oceli (193... až 198...) uhlíková ocelolitina skupiny 26 (4226...) nízko a středně legované ocelolitiny skupiny 27 (4227...) feritické a martenzitické korozivzdorné oceli (třídy 17..., lité 4229...)
<b>M</b>	M01, M05, M10, M15, M20, M25, M30, M35, M40	WC (79-84%) + TiC (5-10%) + TaC.NbC (4-7%) + Co (6-15%)	pro obrábění materiálů, dávající dlouhou a střední třísku austenitické a feriticko austenitické oceli, korozivzdorné, žáruvzdorné a žárupevné oceli nemagnetické a otěruvzdorné oceli
<b>K</b>	K01, K05, K10, K15, K20, K25, K30, K35, K40	WC (87-92%) + Co (4-12%) + TaC.NbC	pro obrábění materiálů, dávající krátkou, drobivou třísku šedá litina legovaná i nelegovaná (4224...) tvárná litina (4223...) temperovaná litina (4225...)
<b>N</b>	N01, N05, N10, N15 N20, N25, N30		pro obrábění neželezných materiálů, slitiny mědi a hliníku, duraplasty, fibry, plasty s vlákninou, tvrdá guma
<b>S</b>	S01, S05, S10, S15, S20, S25, S30		žárupevné slitiny na bázi Ni, Co, Fe a Ti
<b>H</b>	H01, H05, H10, H15, H20, H25, H30		zušlechtnuté oceli s pevností nad 1500MPa Kalené oceli HRC 48-60, tvrzené kokilové litiny HSh 55-85

Tabulka 1 – značení slinutých karbidů<sup>[1]</sup>

### 1.3 Struktura slinutých karbidů

Vývoj nástrojových materiálů je zaměřen na zlepšení odolnosti oproti opotřebení (především tvrdosti materiálu) a zvýšení houževnatosti, pevnosti (tlakové i ohybové).

Tvrдость a ohybová pevnost jsou vzájemně neslučitelné, ale v praxi je toho možné, při dodržení mnoha faktorů, jako jsou např. velikosti zrn, rozložení zrn v materiálu, složení materiálu (množství a druh přísad), atd., dosáhnout. Nejvyšší tvrdost a pevnost v tlaku vykazují slinuté karbidy s malým obsahem kobaltu. Pokud se obsah kobaltu zvyšuje, rostou také tyto hodnoty. Dále je pro tyto materiály typické, že čím jsou menší zrna tvrdých částic, tím je vyšší tvrdost. Ohybová pevnost je vůči tvrdosti přesně opačná a dosahuje nejvyšších hodnot právě u materiálů, které obsahují největší množství kobaltu a mají strukturu s velkými zrny<sup>[2]</sup>.

Karbidy jsou binární sloučeniny uhlíku s kovy. Připravují se reakcí kovů, eventuálně jejich oxidů s uhlíkem (při 2000°C), vzájemným působením uhlovodíků se zahřátými kovy, nebo reakcí acetyleny v kapalném amoniaku s alkalickými kovy<sup>[2]</sup>. Podle struktury je můžeme rozdělit do těchto skupin:

- IONTOVÉ KARBIDY – tyto karbidy lze považovat za soli acetyleny, jelikož obsahují acetylidové aniony  $C_2^{2-}$ . Při výrobě slinutých karbidů nedochází k jejich použití. Patří sem např.  $CaC_2$ ,  $Mg_2C_3$ .
- KARBIDY PRVKŮ SKUPINY ŽELEZA – tyto karbidy představují přechodový stupeň mezi Iontovými karbidy a Interstaciálními karbidy. Jejich struktura je velmi deformována a prostoupena uhlíkovými atomy. Je možné je rozkládat zředěnými kyselinami a vodou při tvorbě směsi vodíku a uhlovodíků. Patří sem např.  $Mn_3C$ ,  $Co_3C$ ,  $Cr_3C_2$ ,  $Ni_3C$ ,  $Fe_3C$ .
- INTERSTACIÁLNÍ KARBIDY – tyto karbidy si zachovávají vlastnosti kovů a jelikož bývají velmi tvrdé, jsou tyto materiály brány jako základ pro výrobu slinutých karbidů. Vznikají zahříváním uhlíku a práškového kovu na vysokou teplotu, kdy ionty nebo atomy uhlíku obsadí některé z interstaciálních míst v mřížce hostitelského kovu. Patří sem např.  $WC$ ,  $W_2C$ ,  $TiC$ ,  $VC$ ,  $NbC$ ,  $ZrC$ ,  $TaC$ ,  $MoC$ ,  $Mo_2C$ ,  $V_2C$ .
- KOVALENTNÍ KARBIDY – tyto karbidy se připravují reakcemi uhlíku s příslušnými kovy, nebo jejich oxidy. Patří sem např.  $SiC$ ,  $Al_4C_3$ ,  $Be_2C$ ,  $B_4C$ .

Mikrostrukturu slinutých karbidů je možné vidět pomocí mikroskopu (používá se většinou zvětšení 1600-2000x)<sup>[2]</sup>. Sledování se provádí na vybroušené a následně vyleštěné ploše, po vyvolání některou z následujících metod:

- CHEMICKÝM LEPTÁNÍM, leptadlem Murakami (skládá se z 20 % roztoku hydroxidu draselného KOH a 20% roztoku ferokyanidu draselného  $K_3[Fe(CN)_6]$ ). Po 5-6 minutách působení leptadla se vzorek opláchne vodou a leptání se ukončí ponořením asi na 5 sekund do nitalu – 10% alkoholického roztoku  $HNO_3$ .
- ELEKTROLYTICKÝM LEPTÁNÍM, jako leptadlo je možné použít 8%  $HNO_3$ , doba leptání se pohybuje mezi 5-10 sekundami
- OXIDACÍ OHŘEVEM

Podle druhu výše uvedené metody lze vyvolat celkovou strukturu, se všemi složkami slinutých karbidů, nebo jen určitou složku struktury.

Strukturu slinutých karbidů lze rozdělit také podle velikosti zrna (viz tabulka 2), kdy velikost zrna ovlivňuje vlastnosti daného materiálu. Tvrdé částice jsou ve slinutých karbidech obsaženy z 55-92%, přičemž v materiálech určených jako řezné nástroje jejich podíl neklesá pod 80%.

Označení	Velikost zrna [ $\mu m$ ]
Nano zrno	< 0,2
Jemné zrno	0,6 - 1,2
Středně jemné zrno	1,2 - 2,5
Střední zrno	2,5 - 4
Hrubé zrno	4-10
Extra hrubé zrno	> 10

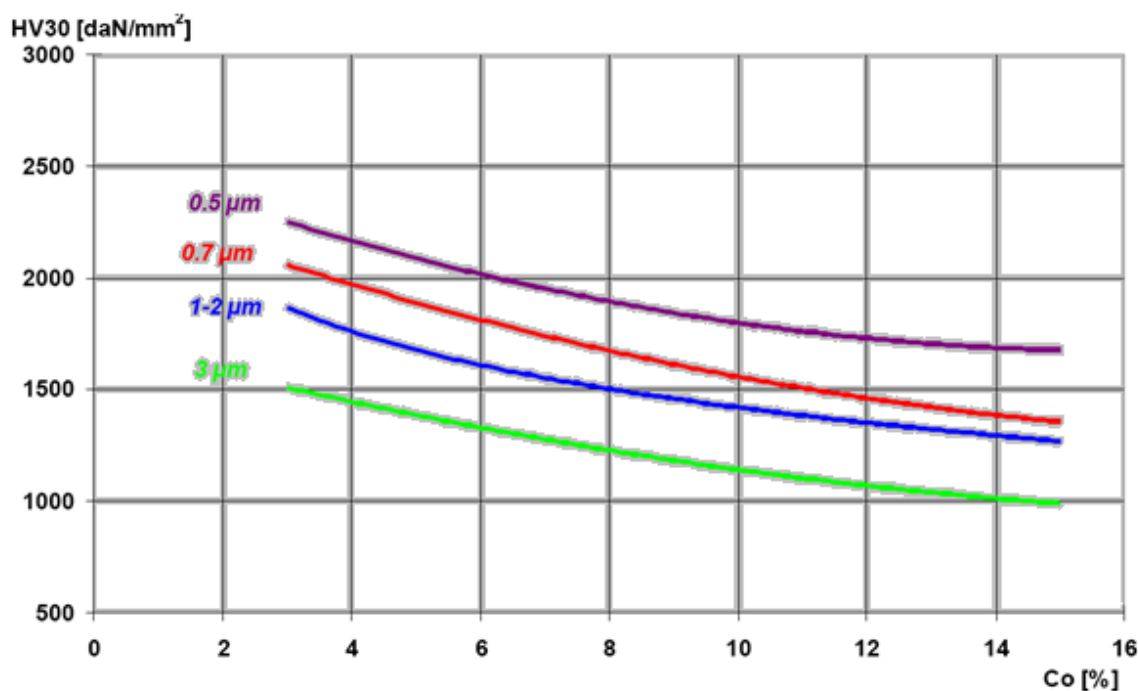
Tabulka 2 – rozdělení slinutých karbidů podle velikosti zrn

## 1.4 Vlastnosti slinutých karbidů typu WC-TiC-TaC.NbC-Co

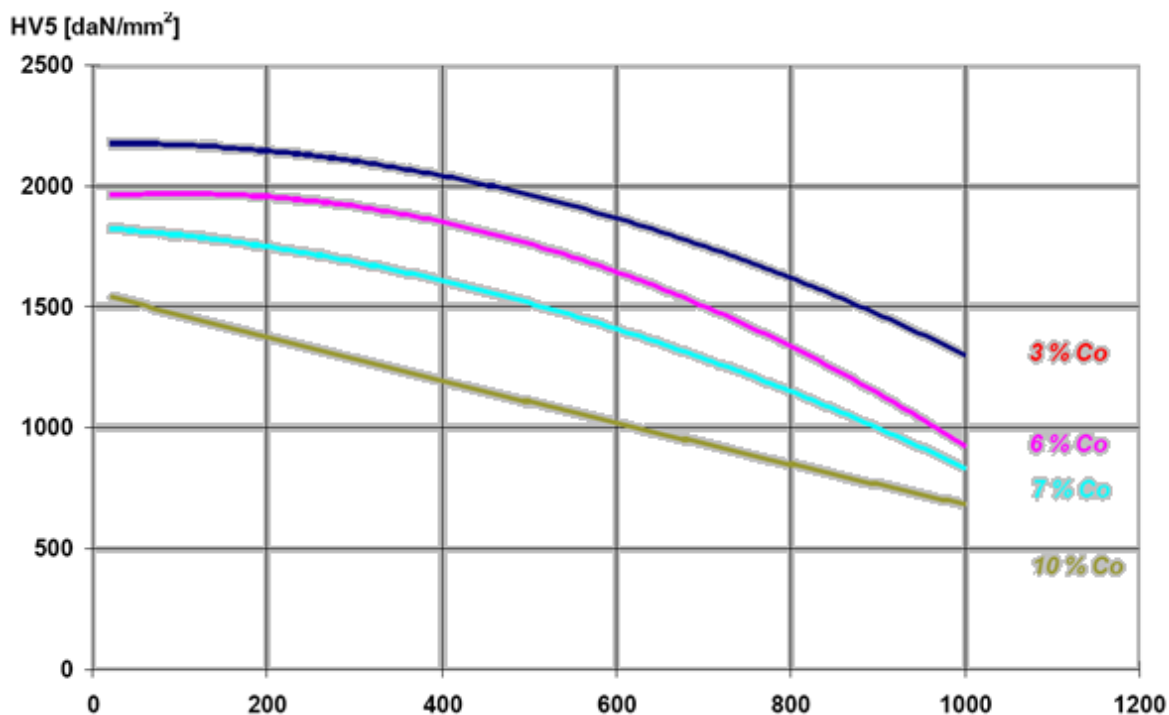
**Mechanické vlastnosti** – je to soubor rozhodujících vlivů, jež mají nezanedbatelný význam pro použití slinutých karbidů a jejich širokému rozšíření. Na slinuté karbidy jako na nástrojový materiál jsou kladeny požadavky v širokém spektru těchto vlastností, hlavně na mechanické vlastnosti při vysokých teplotách.

**Tvrдость** – slinuté karbidy si za všech podmínek uchovávají mnohem vyšší tvrdost než oceli. Vysoká tvrdost se stabilními vlastnostmi v širokém rozsahu teplot předurčuje slinuté karbidy pro efektivní využití v praxi ve formě řezných nástrojů. Tvrдость u tohoto typu

slinutých karbidů je závislá na obsahu karbidu titanu ve struktuře materiálu (s jeho rostoucím obsahem také roste), množství obsahu kobaltu (pokud se obsah kobaltu zvyšuje, tvrdost klesá, viz obr. 1) a dále také na teplotě (tvrdost při nárůstu teploty klesá, viz obr. 2). Obsah TaC.NbC až tak velký vliv na tvrdost materiál nemá. Tvrdost těchto materiálů se běžně pohybuje v rozmezí 1350-1500 HV, u některých materiálů lze však dosáhnout tvrdosti až 1700 HV.



Obrázek 1 – Závislost tvrdosti slinutých karbidů na velikosti zrna



Obrázek 2 – Závislost tvrdosti slinutých karbidů na teplotě

**Pevnost v ohybu** – se zvyšujícím obsahem kobaltu se zvyšuje. Hodnota pevnosti v ohybu klesá v závislosti se zvyšujícím se obsahem složeného karbidu TaC.NbC (pokud nahrazuje pouze karbid wolframu a při tom nedojde ke změnám v obsahu karbidu titanu kobaltu). Stejně jako u tvrdosti se ohybová pevnost snižuje s působením vyšších teplot, pokud je u materiálu vysoký obsah Co a nízký obsah TaC.NbC, ohybová pevnost v závislosti na teplotě klesá větší intenzitou. Ovlivňují ji také velikost zrn karbidu wolframu. Materiály tohoto typu dosahují hodnot pevnosti v ohybu 1000-1950 MPa.

**Pevnost v tlaku** – slinuté karbidy mají pevnost v tlaku vysokou, obvykle se pohybují v rozmezí hodnot 3000-6200 MPa, ale lze se setkat i s materiály s hodnotami až 8000 MPa. Pevnost v tlaku klesá se zvyšujícím obsahem kobaltu, zvětšující se velikostí zrna karbidu a také zvětšující se teplotou.

**Modul pružnosti v tahu** – je poněkud nižší než u ostatních typů slinutých karbidů, obvykle se pohybuje v rozmezí hodnot 400-600 GPa. S rostoucím obsahem kobaltu jeho hodnota klesá. S většími hodnotami se můžeme setkat u materiálů s jemnozrnnou strukturou. Tato hodnota opět mírně klesá se zvyšující se teplotou.

**Fyzikální vlastnosti** – u tohoto typu slinutých karbidů jsou údaje o fyzikálních vlastnostech velmi malé a navíc jsou vztaženy k různému složení materiálu (s různým obsahem karbidů a pojiva). Tyto údaje nevyjadřují konkrétní zákonitosti, hlavně v souvislosti s obsahem TaC.NbC, ale také i jiných složek materiálu.

## 1.5 Výchozí materiály slinutých karbidů

Základní prvky slinutých karbidů jsou tvořeny sloučeninami dusíku, boru, uhlíku a také křemíku (boridy, nitridy, silicidy, karbidy) s těžkovitými kovy skupiny IV (titanem, hafniem, zirkonem), skupiny V (niobem, vanadem, tantalem), nebo skupiny VI (wolframem, molybdenem, chromem). Veškeré uvedené sloučeniny mají použití jako nástrojové materiály, z nich nejvíce používaný je karbid wolframu.

### Wolfram

V současnosti je nejvíce wolframu používáno k výrobě slinutých karbidů. Pro výrobu wolframu slouží především horniny wolframit (WO<sub>4</sub>) a scheelit (CaWO<sub>4</sub>). Zpracováním těchto hornin se získává čistá forma tetrahydrátu hydrogenwolframanu dekaamonného.

Výroba práškového wolframu se řadí mezi nejdůležitější technologické operace při výrobě slinutých karbidů. Velmi sledovaným a důležitým parametrem je zrnitost výchozího prášku z čistého wolframu, jež následně velmi ovlivňuje velikost zrna karbidu wolframu. Wolfram můžeme pozorovat ve dvou variantách  $\alpha$ -W a  $\beta$ -W.  $\beta$  varianta je v podstatě nežádoucí a jejímu výskytu lze předejít výběrem surovin bez nežádoucích příměsí a také vytvořením technologických podmínek, při kterých se zcela zredukují výchozí oxidy<sup>[2]</sup>.

### **Karbid wolframu**

Je to vůbec první karbid, jenž byl použit jako tvrdá fáze ve slinutých karbidech. Je vyráběn z prášku čistého wolframu, jenž je ve vhodném poměru smíšen s pevným uhlíkem, který má formu buď grafitu, nebo sazí. Následně při teplotě 1300-2400 °C je ohříván v atmosféře nauhličujících plynů. Při chemické reakci uhlíku z plynné fáze a čistého wolframu není důležité, jestli se zrna wolframu nacházejí v přímém kontaktu s pevným uhlíkem. Prakticky se do směsi přidává uhlíku více, než je potřeba. Směs je slisována do formy briket, vložena do elektrické odporové pece, jejíž součástí je i grafitová trubka, jež má 2 funkce, slouží jako ohřívací těleso a zároveň jako pracovní prostor. Teplota má v procesu značný vliv (pokud je teplota ve výše uvedeném rozmezí nižší, tak se zmenšuje i zrnitost). Jeho struktura je tvořena hexagonální krystalovou mřížkou, vytvářející dobře rozpoznatelná pravoúhlá, nebo trojúhelníková zrna. Smíšený karbid vytváří pouze v kombinaci s MoC a atomy dalších kovů v něm nelze rozpustit, může však obsahovat malé množství dusíku. Během slinování dochází k rozpuštění a reprecipitaci zrn. Díky tomuto se zmenšuje jejich množství, zato se však zvětšují jejich rozměry. Nežádoucí růst zrn lze omezit a to přidáním vhodných přísad jako jsou Cr, Ta, V. Menší ztráta WC při slinování je způsobena rozpuštěním do pojivové fáze<sup>[2]</sup>.

### **Titan**

Je to stříbrolesklý kov, který patří mezi nejvíce rozšířené prvky v zemské kůře (7 nejrozšířenější kov po Al, Fe, Ca, Na, K a Mg). V malém množství je rozšířen ve všech typech nerostů. Je vyráběn z oxidu titaničitého (TiO<sub>2</sub>), pomocí reakce s hydridem vápenatým.

### **Karbid titanu**

Je vyráběn v indukční peci při vysokých teplotách v rozmezí 2000-2200 °C, nauhličováním směsi grafitového prášku nebo sazí a velmi čistého TiO<sub>2</sub> ve vodíkové atmosféře, případně vakuu. Při použití vodíkové atmosféry má celé zařízení



zjednodušenou konstrukci, protože není potřeba bránit přístupu vzduchu z okolí do prostoru pece. Metoda s využitím vakua je však výhodnější díky vyššímu množství vázaného uhlíku ve výsledném TiC a zároveň výsledný produkt neobsahuje dusík.

### **Tantal a niob**

Oba tyto prvky patří k prvkům poměrně vzácným, mají velmi podobné chemické složení a velmi často se v minerálech doprovázejí (nejvíce v minerálech tantalit a kolumbit – kolumbit se od tantalitu liší pouze větším obsahem Nb). V zemské kůře se niob vyskytuje pouze v množství  $20\text{mg/kg}^{-1}$  a tantal dokonce jen v množství  $1,7\text{mg/kg}^{-1}$ . Jejich vzájemné oddělení z minerálů je velmi komplikované. Tyto kovy jsou tvořeny krystaly s prostorově centrovanou kubickou mřížkou. Tantal je modro-šedý kov který má významnou vlastnost – je chemicky netečný, korozivzdorný a vysoce odolný proti kyselinám. Niob je šedý kov, poměrně chemicky stálý, při vyšších teplotách je však potřeba chránit jej v atmosféře inertního plynu před oxidací.

### **Karbid tantalu a karbid niobu**

Karbid tantalu je podobně jako celá řada dalších karbidů vyráběn nauhličováním oxidů kovů uhlíkem a současnou redukcí. Oxidy kovů jsou důkladně promíchány s grafitovým práškem nebo sazemí a ohřívány teplotou v rozmezí  $1400\text{--}1800\text{ }^{\circ}\text{C}$  ve vakuu, nebo vodíkové atmosféře. Vhodným technologickým postupem a volbou surovin je možné získat submikronové prášky s malým rozptylem velikosti zrn. Jelikož minerály obsahující tantal, obsahují téměř vždy také niob a jejich vzájemné oddělení je komplikované, je nutné počítat s tím, že ve struktuře budou obsaženy oba karbidy (TaC i NbC), proto je konečný produkt označován jako TaC.NbC. Niob nemá tak velký vliv na výsledné vlastnosti slinutého karbidu jako tantal a proto je jeho obsah v produktu akceptovatelný v rozmezí mezi 10-30%. Pro výrobu je však důležité vědět předem jak velký obsah niobu v produktu bude, z důvodu rozdílného množství potřebného obohacujícího uhlíku.

### **Kobalt**

Je feromagnetický kov stříbřitě lesklé barvy s modrým nádechem. Při výrobě slinutých karbidů plní funkci pojiva. Jeho obsah v zemské kůře je poměrně nízký, cca  $25\text{mg/kg}^{-1}$ , je obsažen i v mořské vodě a to v množství  $0,27\mu\text{g/l}$ . Lze ho najít v různých rudách, jako jsou např. linneaitu, kobaltitu, nebo karolitu. Kobalt je poměrně málo reaktivní a nepodléhá korozi při působení vlhkého vzduchu. Příprava kobaltu je vcelku

náročná, protože kobalt se vyskytuje vlastně pouze jako příměs jemu příbuzného prvku niklu, který u kobaltových rud tvoří jejich velkou část a nikl je nutné nejprve separovat.

## **1.6 Povlakované slinuté karbidy**

Povlakování je jedním z nejdůležitějších vývojových stupňů slinutých karbidů, hlavně z důvodu výrazného zlepšení mechanických, chemických ale i fyzikálních vlastností povlakovaných dílů. S ohledy na možné kombinace povlaků a základního materiálu bylo výrazného pokroku dosaženo právě u SK. Protože se řezné nástroje ze slinutých karbidů využívají v podmínkách, při kterých dochází k intenzivnímu namáhání teplotami, musí povlak splňovat podmínku zachování tvrdosti za těchto teplot. Srovnání vlastností základních druhů povlakových materiálů je možné nalézt v tabulce 3. Je možné představit několik základních vlastností povlaků slinutých karbidů.

### **Tvrdost**

Je udávána v GPa, nebo HV. Je měřena tvrdoměry pomocí nanoindentoru (zkušební hrot může proniknout pouze do povlaku, průnik do tělesa základního materiálu je nepřipustný a znehodnocuje měření). K vrstvám s největší tvrdostí se řadí povlaky kubickým nitridem boru, nebo diamantové povlaky.

### **Tloušťka**

Je jednou z nejvýznamnějších charakteristik povlaku a obvykle se pohybuje v rozsahu 1-10 $\mu$ m. Tloušťka je měřena pomocí kalotestru.

### **Drsnost**

Je významná s ohledem na mechanické a tepelné namáhání řezného nástroje. Při povlakování vznikají mikročástice, jež drsnost ovlivňují. Udává se většinou v rozsahu Ra 0,05-0,25 $\mu$ m.

### **Kluzné vlastnosti**

Jsou významné z hlediska zatížení teplotou působící na řezný nástroj během obrábění. Povlakováním se toto zatížení může výrazným způsobem snížit. Měření kluzných vlastností se provádí metodou „PIN-on-DISC“.

### Adheze povlaku k substrátu

Je to důležitá vlastnost celého systému. Měření se provádí vrypovou zkouškou (tzv. Scratch test) nebo vnikacím testem (tzv. Mercedes test). Hodnota, která se těmito zkouškami naměří by měla být min. 60N.

### Chemická stabilita


Je to vlastnost charakterizující schopnost odolávat chemickým reakcím povlaku s materiálem, jenž je obráběn. Chemická stabilita je závislá na typu obráběného materiálu a může se měnit.

### Oxidační odolnost

Řezný nástroj je možné opotřebit také oxidací. Působením oxidace je možné povlak zcela zničit. Oxidační odolnost je možné změřit gravimetickou metodou, která vyhodnocuje změny v hmotnostech povlaků po účincích kyslíku v závislosti na teplotě.

### Tepelná stabilita

Je pro povlaky důležitá při optimalizaci řezných podmínek. K povlakům s nejlepší tepelnou stabilitou můžeme zařadit např. nanokrystalické nanokompozity.

Hodnocení	Chemická stabilita	Odolnost proti oxidaci	Tvrdost	Tvrdost za tepla
<b>Nejlepší</b>  <b>Špatný</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	TiAlN	TiAlN	TiCN	TiAlN
	TiN	TiN	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiN
	TiCN	TiCN	TiAlN	TiCN
	TiC	TiC	TiN	TiC

Tabulka 3 – Obecné srovnání vlastností některých povlakových materiálů <sup>[2]</sup>

V současné době je díky stále rostoucím požadavkům vyvíjeno mnoho druhů povlaků, každý pro jiné praktické využití. Druhy povlaků se od sebe liší jak druhem povlaku, tak i jeho tloušťkou, nebo různými kombinacemi těchto vrstev. Povlakování můžeme rozdělit podle těchto vývojových stupňů:

- **I. generace** – povlak tvořen pouze jedinou vrstvou (TiC) o tloušťce přibližně 6μm s celkem nepříjemnou vlastností – nedobrou soudržností s povlakovaným

materiálem (mezi materiálem a vrstvou povlaku docházelo k tvorbě křehkého eta-karbidu). Při praktickém užití těchto nástrojů se povlak odlupoval a tím se nástroje znehodnocovaly.

- **II. generace** – povlak tvořen jednou vrstvou (TiN, TiC, TiCN) o již větší tloušťce povlaku cca 7-10 $\mu$ m. Bylo zde eliminováno nebezpečí odlupování povlaku z materiálu (nedocházelo zde k tvorbě eta-karbidu).
- **III. generace** – povlak je tvořen několika vrstvami (obvykle 2-3 vrstvy, eventuálně i více vrstev). Přechody mezi vrstvami jsou ostře ohraničeny. Nanášení vrstev na materiál je podmíněno jejich vlastnostmi. Přímě na podklad jsou nanášeny vrstvy s nejlepší přilnavostí, jež ale mají relativně nejnižší odolnost vůči opotřebení, zatímco poslední (povrchové vrstvy) jsou nanášeny vrstvy, na něž jsou kladeny požadavky jako vysoká tvrdost s odolností proti opotřebení a také odolnost proti oxidaci při vysokých teplotách. Tyto vrstvy se nejčastěji nanášejí v následujícím pořadí (podklad → povrch): TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN, TiC-TiN, TiC-TiCN-TiN.
- **IV. generace** – je to speciální vícevrstvý povlak, který je často tvořen i nanesením více jak 10 vrstev. Přechody mezi vrstvami již nejsou tolik výrazné, kdy jednotlivé vrstvy povlaku jsou tvořeny stejnými materiály jako u III. generace. Jednou z jejich výhod je i to, že zpomalují růst a šíření trhlin směrem k základnímu materiálu. Tyto povlaky mohou dosahovat tvrdosti až 3000 HV.

Povlaky můžeme také rozdělit podle tvrdosti a to do 2 skupin a to na tvrdé povlaky, kde tvrdost dosahuje až 40GPa a supertvrdé povlaky dosahující tvrdosti větší než 40GPa. Do skupiny supertvrдых povlaků lze zahrnout pouze několik typů materiálů a to amorfni nitrid uhlíku (a-CN<sub>x</sub>), polykrystalický diamant, kubický nitrid boru a DLC (uhlík podobný diamantu s fyzikálními vlastnostmi diamantu).

## 1.7 Metody povlakování slinutých karbidů

Na běžný slinutý karbid je nanášena tenká vrstva povlaku s vysokou tvrdostí a odolností proti opotřebení, jakou běžný materiál slinutých karbidů nemůže běžně docílit. Tyto vlastnosti jsou dosahovány také proto, že materiál povlaku má nižší zrnitost, neobsahuje pojivo a vytváří bariéru oproti difuznímu opotřebení nástroje. Metody povlakování je možné rozčlenit do 2 základních skupin PVD a CVD povlakování.

### 1.7.1 Metoda PVD povlakování

Při této metodě jsou povlaky tvořeny při sníženém tlaku (0,1-1 Pa) kondenzací atomů, uvolňovaných ze zdroje částic rozprašováním, nebo odpařováním. Při některých metodách je využíván i odporový ohřev. Uvolněné částice jsou ionizovány a začnou reagovat s plyny obsaženými v atmosféře pracovní komory (Ar, N<sub>2</sub>). Následně se díky zápornému předpětí usazují na povrchu substrátu ve formě povlaku (1-5 μm). Např. povlak TiN je tvořen v dusíkové atmosféře<sup>[2]</sup>.

Nevýhodou metody PVD je poměrně složitý vakuový systém s požadavkem pohybu (např. rotačním) povlakovanými předměty pro rovnoměrné rozvrstvení povlaku po celé ploše substrátu. Toto souvisí se stínovým efektem – na ploše substrátu neležící přímo ve směru pohybujících se odpařovaných částic dopadá méně povlaku a vznikají tak ostrůvky s nerovnoměrnou vrstvou povlaku. Naopak výhodou této metody je možnost vytvoření povlaků i na ostrých hranách předmětů (např. ostří nástroje) s poloměrem zaoblení menším než 20 μm.

### 1.7.2 Metoda CVD povlakování

Je to metoda povlakování, která je založena na chemické reakci plynných sloučenin v plazmě, jež je tvořena v bezprostřední blízkosti povrchu substrátu. Výsledné produkty této reakce ulpí na povrchu slinutého karbidu. Plyny musí obsahovat sloučeniny, jež jsou stabilní, ale přitom prchavé. Dodáním energie formou ohřátí, laserem, nebo plazmovým obloukem se sloučeniny chemicky rozloží a následně ulpí na ohřátém povrchu, kde vytvoří požadovaný povlak. Pro průběh požadované reakce je potřeba, aby v plynech byl obsažen také nekovový reaktivní plyn (např. NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>)<sup>[2]</sup>.

Stále častěji jsou využívány modifikované metody CVD povlakování. Jsou to např. laserem indukovaná CVD metoda (LCVD, LICVD), nebo CVD povlakování se žhavicím vláknem (HFCVD).

Metoda LICVD je možné provádět ve 2 variantách, a to fotolytickou a pyrolytickou. U fotolytické metody probíhá štěpení molekul poblíž substrátu pomocí fotochemické reakce. Při pyrolytické metodě se molekuly štěpí lokálním ohřevem substrátu, který je

způsoben dopadajícím paprskem laseru. Je nutné, aby páry byly při této metodě transparentní a naopak substrát silně pohlcoval záření laseru.

Při metodě HFCVD je využito nažhavené vlákno z wolframu, které je zahřáté na velmi vysokou teplotu cca 2400 °C. Vláknem se umístí poblíž substrátu. Použití je např. při vytvoření diamantového povlaku. Rychlost vytváření povlaků u této metody je vyšší, než u klasické metody CVD.

## 2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 2.1 Obecný popis metody měření

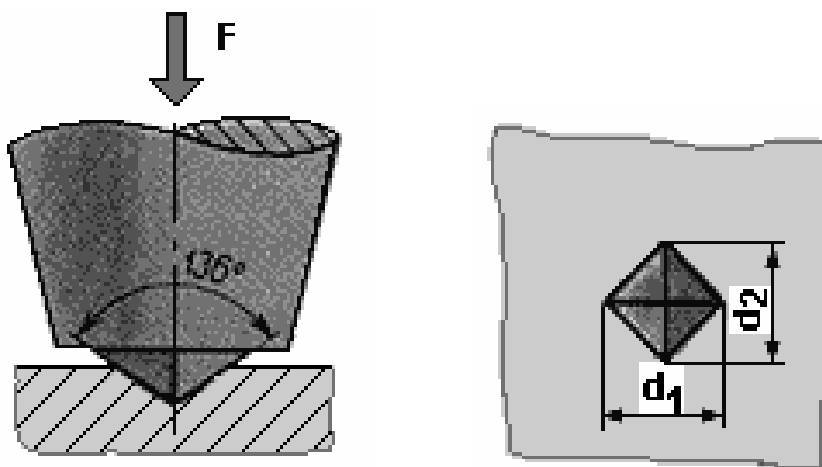
Metodika tohoto měření vychází z normy ISO 3878 „Zkouška tvrdosti podle Vickerse“. Podstata této zkoušky spočívá ve vtlačení vnikajícího tělesa (diamant ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou) normalizovaného tvaru do povrchu zkušební vzorku (viz obr. 3). Zkušební těleso musí být pevně uloženo na tuhé podložce. Styčné povrchy zkušební tělesa musí být čisté a bez cizích tělísek. Je důležité, aby bylo těleso pevně uloženo na podložku tak, aby se nepohnulo během zkoušky. Vnikající těleso se zatlačuje zkušebním zařízením směřujícím kolmo k povrchu bez rázů a chvění. Doba působení zkušební zátěží na těleso musí být v rozmezí 10-15s, při teplotě okolí +10°C až +35°C. Pokud je to možné, musí se na zkušebním tělese provést minimálně tři měření tvrdosti. Vzdálenost středu každého vtisku od okraje zkušební tělesa musí být nejméně 2,5násobek průměrné hodnoty úhlopříčky vtisku, přičemž vzdálenost středů dvou sousedících vpichů musí být minimálně trojnásobek průměrné hodnoty úhlopříčky vpichu (viz obr. 4). Pro stanovení tvrdosti dle Vickerse se změří délky obou úhlopříček u provedeného vpichu a spočítá se aritmetický průměr těchto úhlopříček<sup>[3]</sup>. Tvrdost dle Vickerse je pak možné spočítat dle následujícího vzorce:

$$HV = 0,1891 \cdot \left( \frac{F}{d^2} \right) \quad (2.1)$$

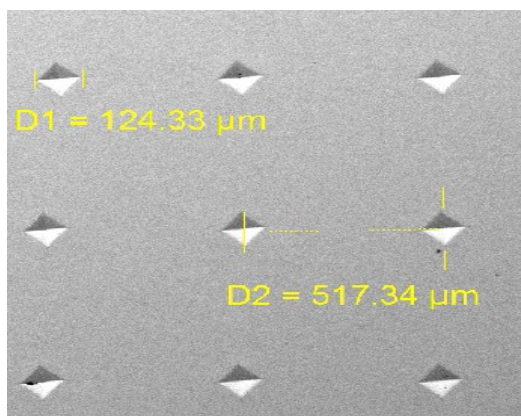
Kde:

F – síla použitá na vtlačování hrotu do tělesa

d – aritmetický průměr úhlopříčky vtisku



Obrázek 3 – zobrazení hrotu vnikajícího do tělesa při měření tvrdosti

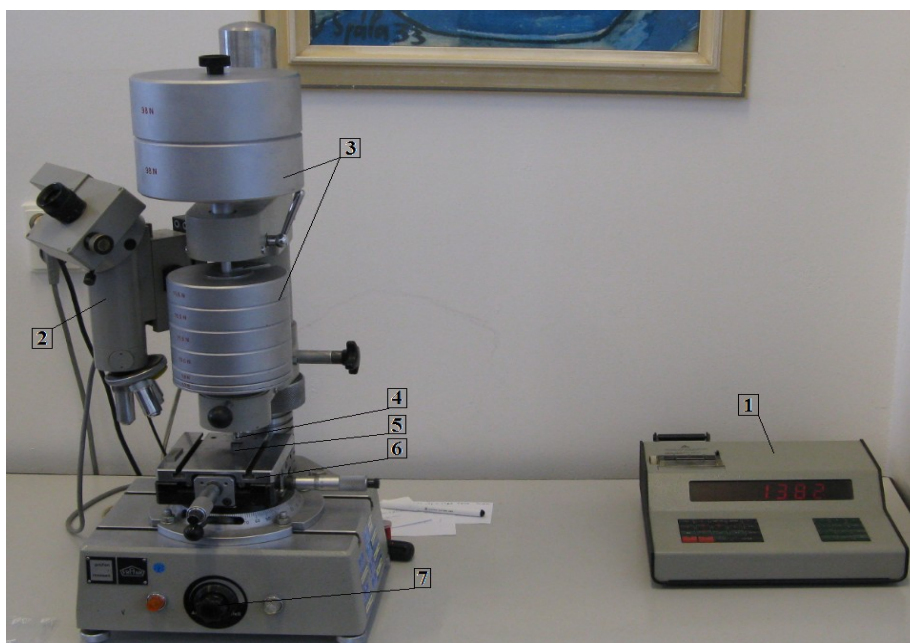


Obrázek 4 – vzdálenosti dvou sousedících vpichů

## 2.2 Představení zkušebních zařízení

### Přístroj na měření tvrdosti „FINOTEST FRANK 38540“

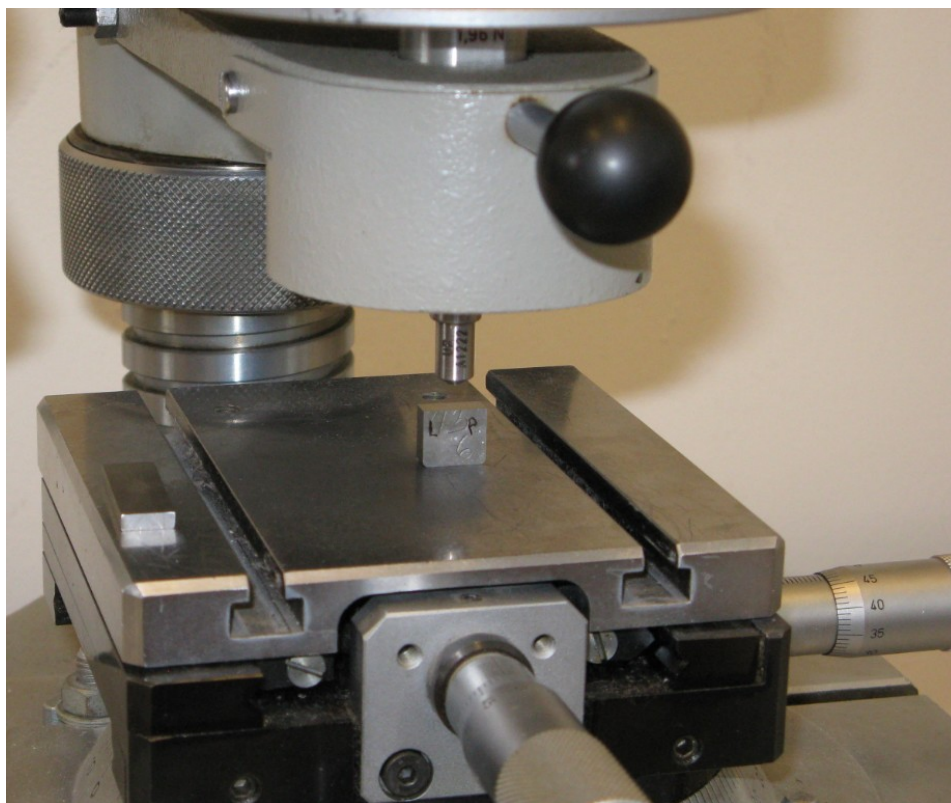
Tento přístroj (viz obr. 5) je od německého výrobce FRANK GmbH. Přístroj se skládá z mikrometrického stolku, otočné hlavy, na které jsou integrovány objektiv a měřící hrot, nad nímž je možné manuálně nastavit zkušební zatížení pomocí sady závaží (v našem případě na HV10 a HV30). Objektiv je s možností nastavitelného osvětlení a zvětšením až 200x. Vyhodnocení měření u tohoto přístroje provádí připojený elektronický minipočítač.



Obrázek 5 – přístroj Finotest Frank 38540

- |                              |                     |                          |
|------------------------------|---------------------|--------------------------|
| 1 – elektronický minipočítač | 2 – objektiv        | 3 – sada závaží          |
| 4 – diamantový hrot          | 5 – zkušební vzorek | 6 – mikrometrický stůlek |
| 7 – nastavení osvětlení      |                     |                          |





Obrázek 6 – detailní záběr na měřicí hrot a destičku zkušební vzorku

### **Rastrovací elektronový mikroskop MIRA 3**

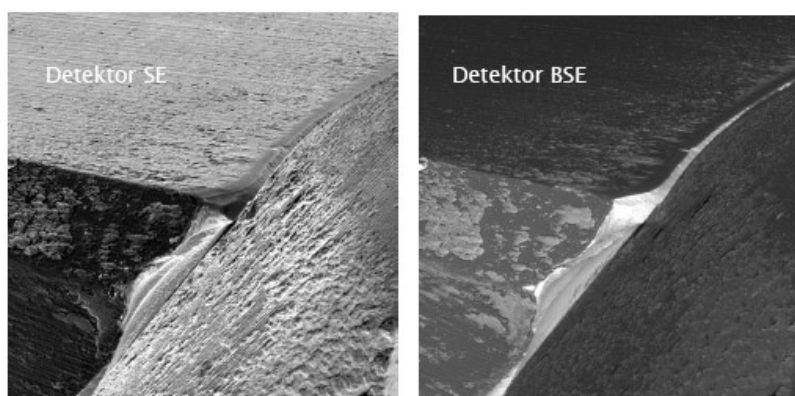
Tento přístroj je vysoce kvalitní počítačem plně řízený rastrovací elektronový mikroskop, který je vybaven Schottkyho autoemisní elektronovou tryskou (FEG – Field Emission Gun), která je navržena pro vysoké vakuum, nebo pro operace při různých tlacích. Je určený pro snímání vodivých i nevodivých preparátů ve vysokém rozlišení. MIRA 3 zobrazuje zkoumaný objekt pomocí tenké elektronové sondy, která je formována v tubusu mikroskopu<sup>[5]</sup>.

Mikroskop MIRA 3 byl při měření používán v režimu RESOLUTION (rozlišení), což je základní a nejběžnější režim, a s detektory elektronů SE a BSE. Vlastností režimu RESOLUTION jsou nízká hloubka ostrosti, avšak vysoké rozlišení. Tento režim je optimální pro práci na krátkou pracovní vzdálenost (4-5mm)<sup>[5]</sup>.

Detektor SE pracuje pouze ve vysokém vakuu, kdy elektrony nesou informaci o topografickém kontrastu. Detektor sekundárních elektronů (SE) urychluje nízkoenergetické sekundární elektrony, které vznikají na povrchu vzorku a fokusuje je na

scintilátor. Fotony, které jsou emitovány dopadem elektronů na scintilátor se přivádí k fotonásobiči mimo komoru mikroskopu. Signál je zesílen převedením do elektroniky<sup>[5]</sup>.

Detektor BSE pracuje ve vysokém i nízkém vakuu, kdy odražené elektrony zvyšují materiálový kontrast vzorku. Vysokoenergetické odražené elektrony, které bez dodatečného urychlení dopadají na scintilátor, excitují atomy scintilátoru a tyto následně vyzařují fotony viditelného záření. Fotony jsou přivedeny ke katodě fotonásobiče a dále zpracovány podobně jako signál od sekundárních elektronů (SE)<sup>[5]</sup>.



Obrázek 7 - Rozdíly v zobrazení SE a BSE detektoru<sup>[5]</sup>

## 2.3 Příprava zkušebních vzorků

Vzorky byly vyrobeny lisováním a následným slinováním v laboratorní peci. Použitý slinovací režim byl podobný výrobnímu. Teploty slinování se pohybovaly v rozmezí 1410 až 1450°C, podle typu materiálu. Slinování probíhalo ve vakuu. Vzorky měli formu břitové destičky SNUN 120408 s čtvercovým tvarem o rozměrech 12x12x4,76mm.

Vzorky testovaných materiálů byly vyleštěny do zrcadlového lesku na leštičce PHOENIX 4000. Nejprve byly broušeny diamantovým kotoučem o zrnitosti 250 $\mu$ m při otáčkách 200 rpm při přitlaku 70 bar po dobu 3 min. Poté byly vzorky broušeny litinovým kotoučem s diamantovým práškem o zrnitosti 15 $\mu$ m a s petrolejem při otáčkách 400 rpm při přitlaku 70 bar po dobu 10 min. Následně byly vzorky leštěny na kotouči TexMet s diamantovým práškem o zrnitosti 7 $\mu$ m při otáčkách 400 rpm při přitlaku 70 bar po dobu 10 min. Nakonec byly vzorky doleštěny na kotouči TexMet s diamantovým práškem o zrnitosti 1 $\mu$ m při otáčkách 400 rpm při přitlaku 70 bar po dobu 10 min. Při všech krocích

byly vzorky chlazený vodou. Mezi jednotlivými kroky byly vzorky očištěny kartáčem a omyty horkou vodou. Před samotným měřením byly vzorky očištěny benzínem.

## 2.4 Představení zkušebních vzorků

### Vlastnosti a chemické složení vzorku A

Podíl Co -  $7 \pm 0,2$  [% hmotnosti]

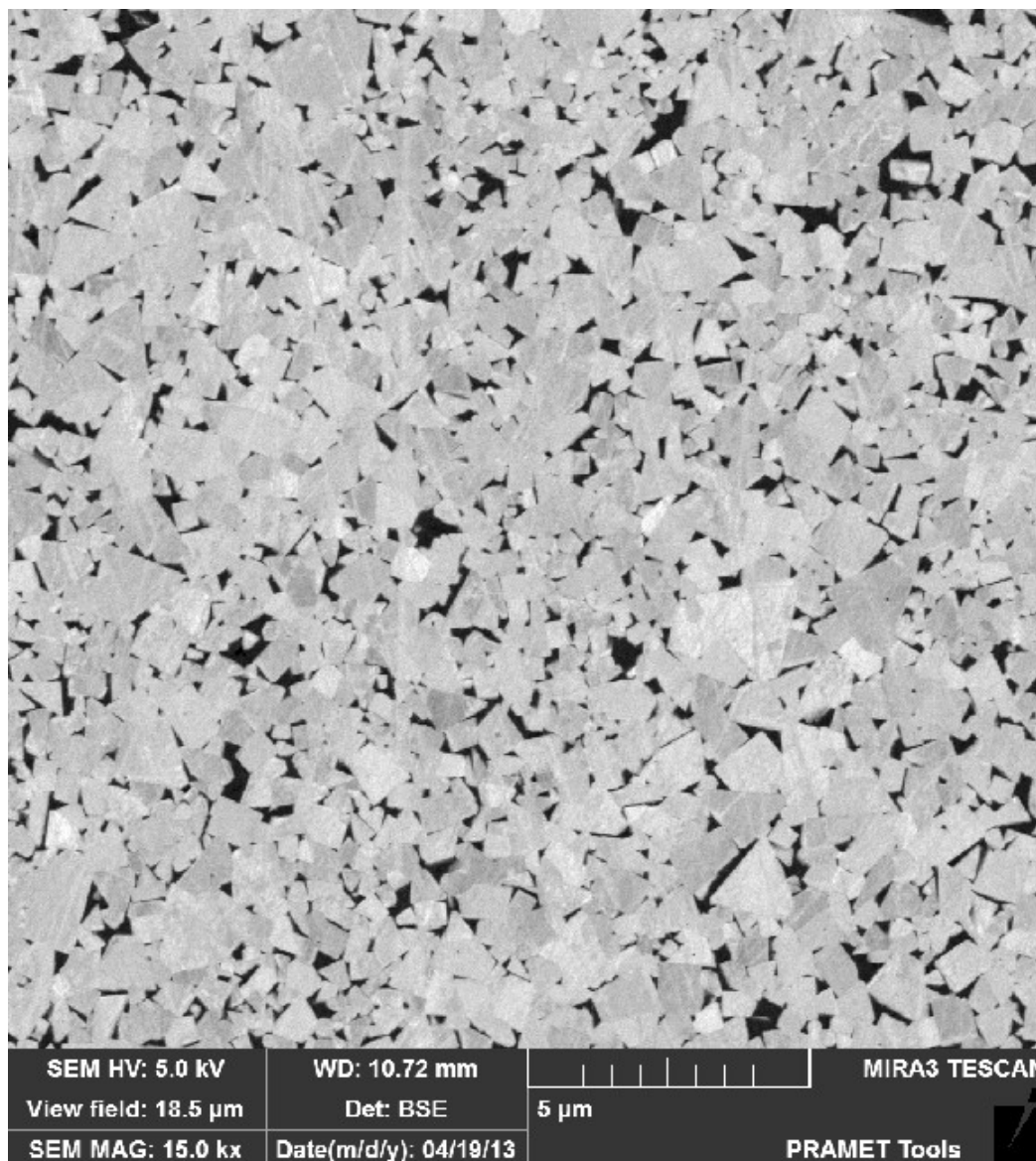
Hustota -  $14,82 \pm 0,08$  [g/cm<sup>3</sup>]

HC -  $23 \pm 3$  [kA/m]

$\alpha$ -fáze - 0,6-1,2 $\mu$ m, výskyt 1,6 $\mu$ m

HV30 - 1700-1800

PQ při HV30 - 585-715



Obrázek 8 – Zobrazení struktury vzorku A

### Vlastnosti a chemické složení vzorku B

Podíl Co -  $10 \pm 0,2$  [% hmotnosti]

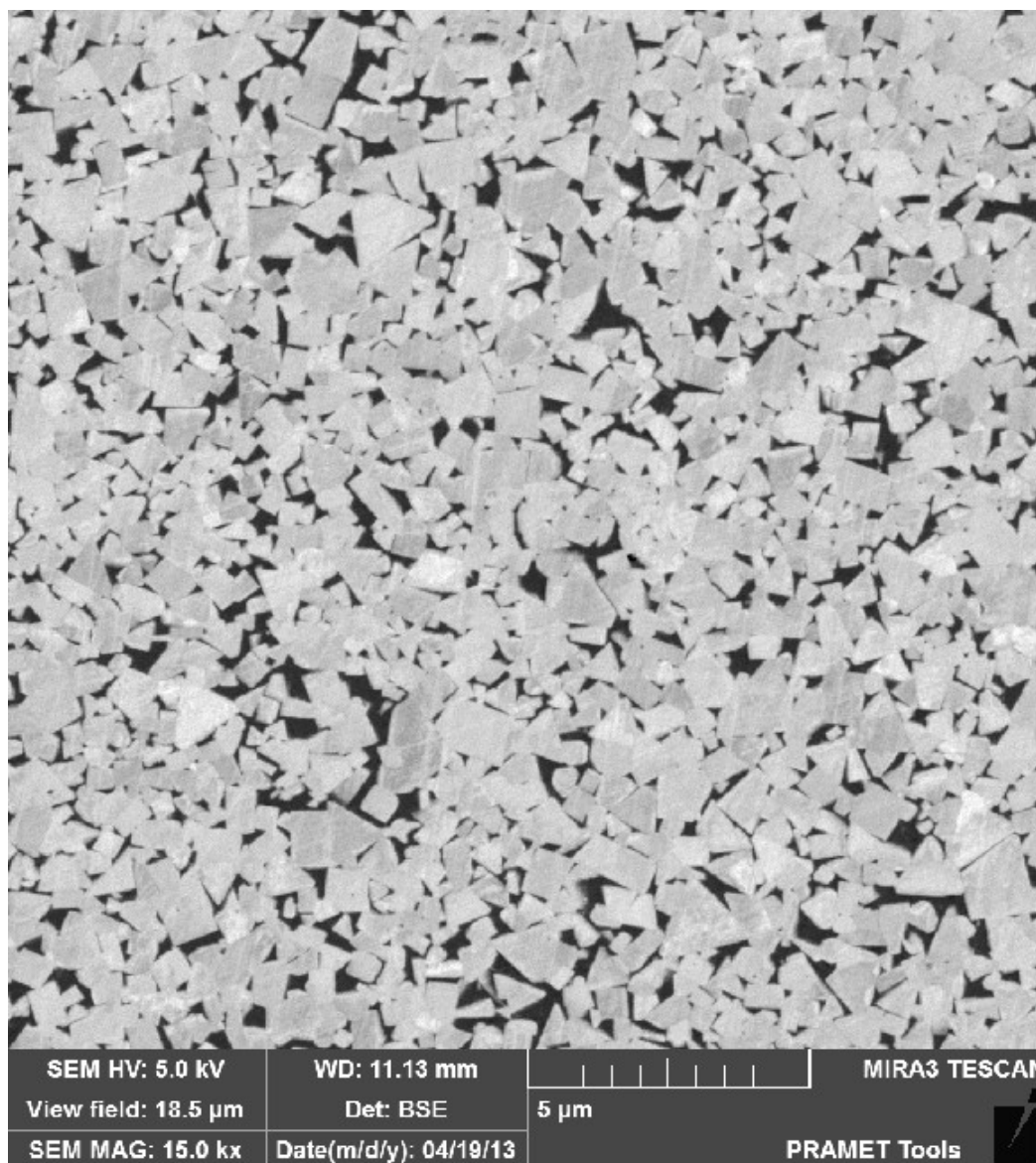
Hustota -  $14,48 \pm 0,08$  [g/cm<sup>3</sup>]

HC -  $20,5 \pm 1,5$  [kA/m]

$\alpha$ -fáze - 0,6-1,2 $\mu$ m, výskyt 1,6 $\mu$ m

HV30 - 1590-1690

PQ při HV30 - 900-1100



Obrázek 9 – Zobrazení struktury vzorku B

### Vlastnosti a chemické složení vzorku C

Podíl Co -  $13 \pm 0,2$  [% hmotnosti]

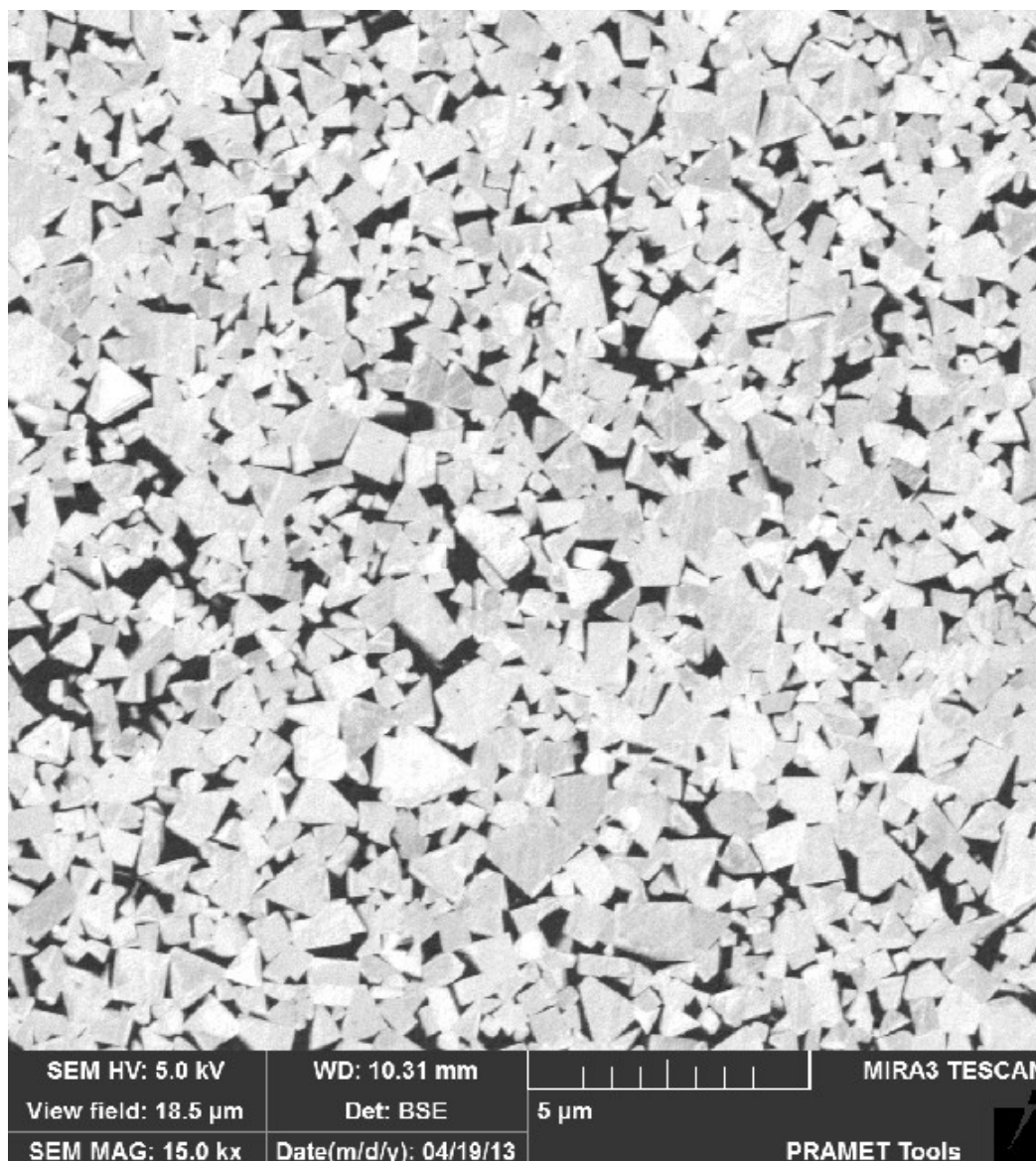
Hustota -  $14,16 \pm 0,06$  [g/cm<sup>3</sup>]

HC -  $17,5 \pm 1,2$  [kA/m]

$\alpha$ -fáze - 0,6-1,2 $\mu\text{m}$ , výskyt 1,6 $\mu\text{m}$

HV30 - 1410-1510

PQ při HV30 - 1040-1560



Obrázek 10 – Zobrazení struktury vzorku C

#### **Vlastnosti a chemické složení vzorku D**

Podíl Co -  $9,6 \pm 0,2$  [% hmotnosti]

Podíl Ti -  $5,2 \pm 0,01$  [% hmotnosti]

Podíl TaNb -  $12,3 \pm 0,01$  [% hmotnosti]

Hustota -  $12,49 \pm 0,01$  [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]

HC -  $13,4 \pm 0,8$  [ $\text{kA}/\text{m}$ ]

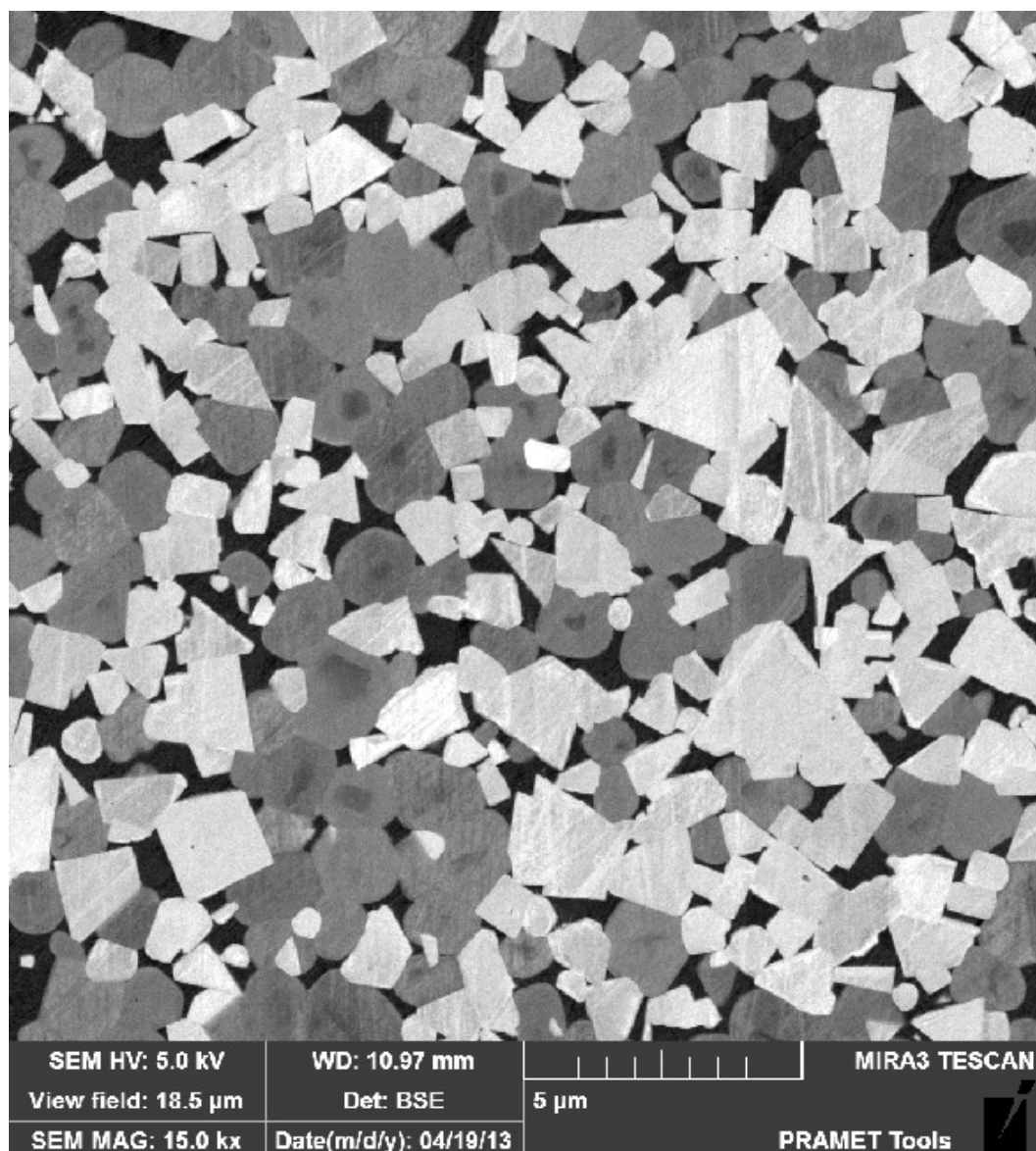
$\alpha$ -fáze - 1,6-2 $\mu\text{m}$ , stopy 7 $\mu\text{m}$

$\gamma$ -fáze - do 2,5 $\mu\text{m}$



HV30 - 1440-1540

PQ při HV30 - 900-1100



Obrázek 11 – Zobrazení struktury vzorku D

#### **Vlastnosti a chemické složení vzorku E**

Podíl Co -  $9,6 \pm 0,2$  [% hmotnosti]

Podíl Ti -  $2 \pm 0,01$  [% hmotnosti]

Podíl TaNb -  $5,4 \pm 0,01$  [% hmotnosti]

Hustota -  $13,6 \pm 0,06$  [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]

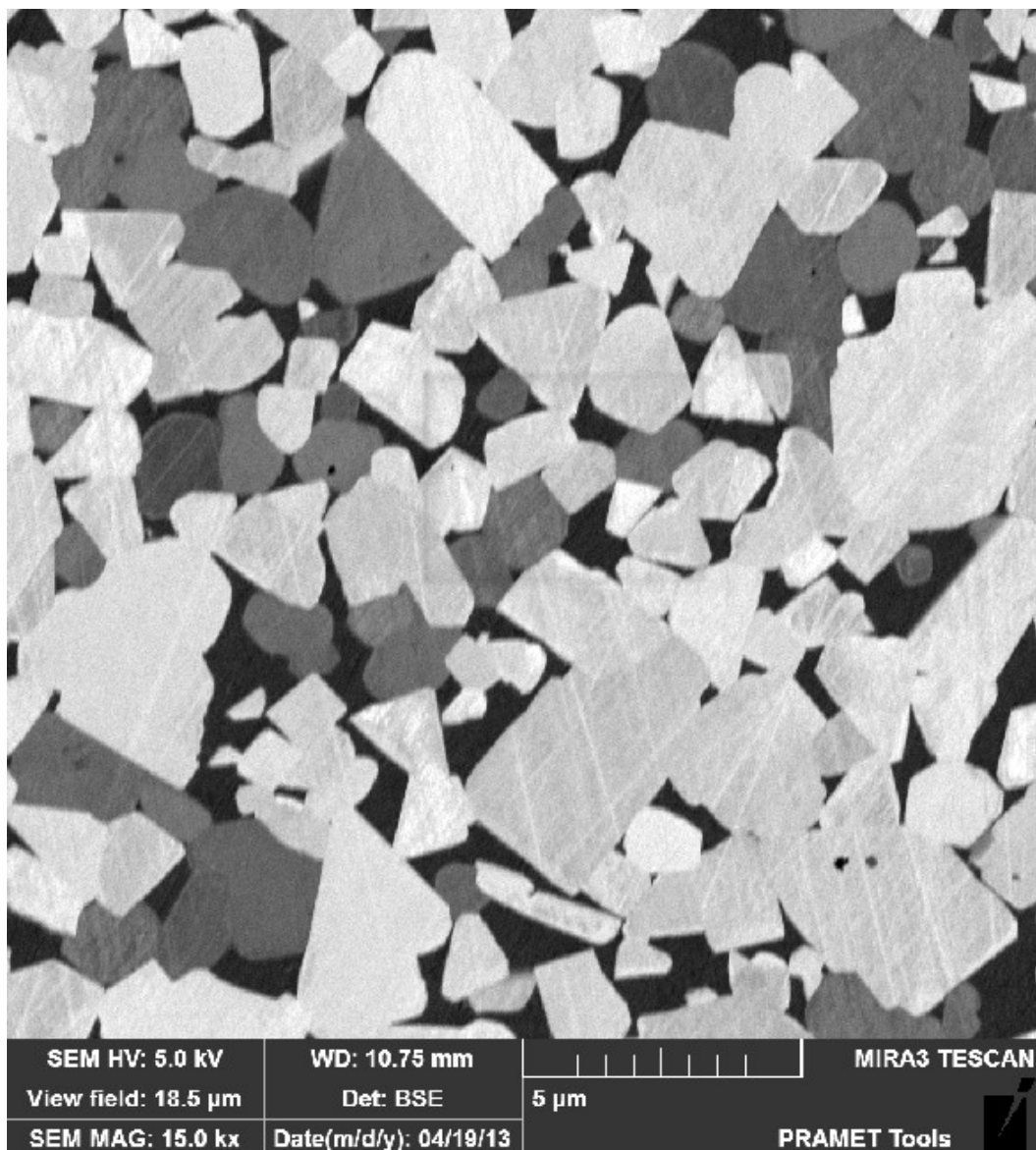
HC -  $10,7 \pm 0,5$  [ $\text{kA}/\text{m}$ ]

$\alpha$ -fáze - 1,2-2 $\mu\text{m}$ , stopy 5 $\mu\text{m}$

$\gamma$ -fáze - Gradient 18-28 $\mu\text{m}$

HV30 - 1320-1420

PQ při HV30 - 1395-1705



Obrázek 12 – Zobrazení struktury vzorku E

#### **Vlastnosti a chemické složení vzorku F**

Podíl Co - 10,2 [% hmotnosti]

Podíl TaNb -  $1,5 \pm 0,01$  [% hmotnosti]

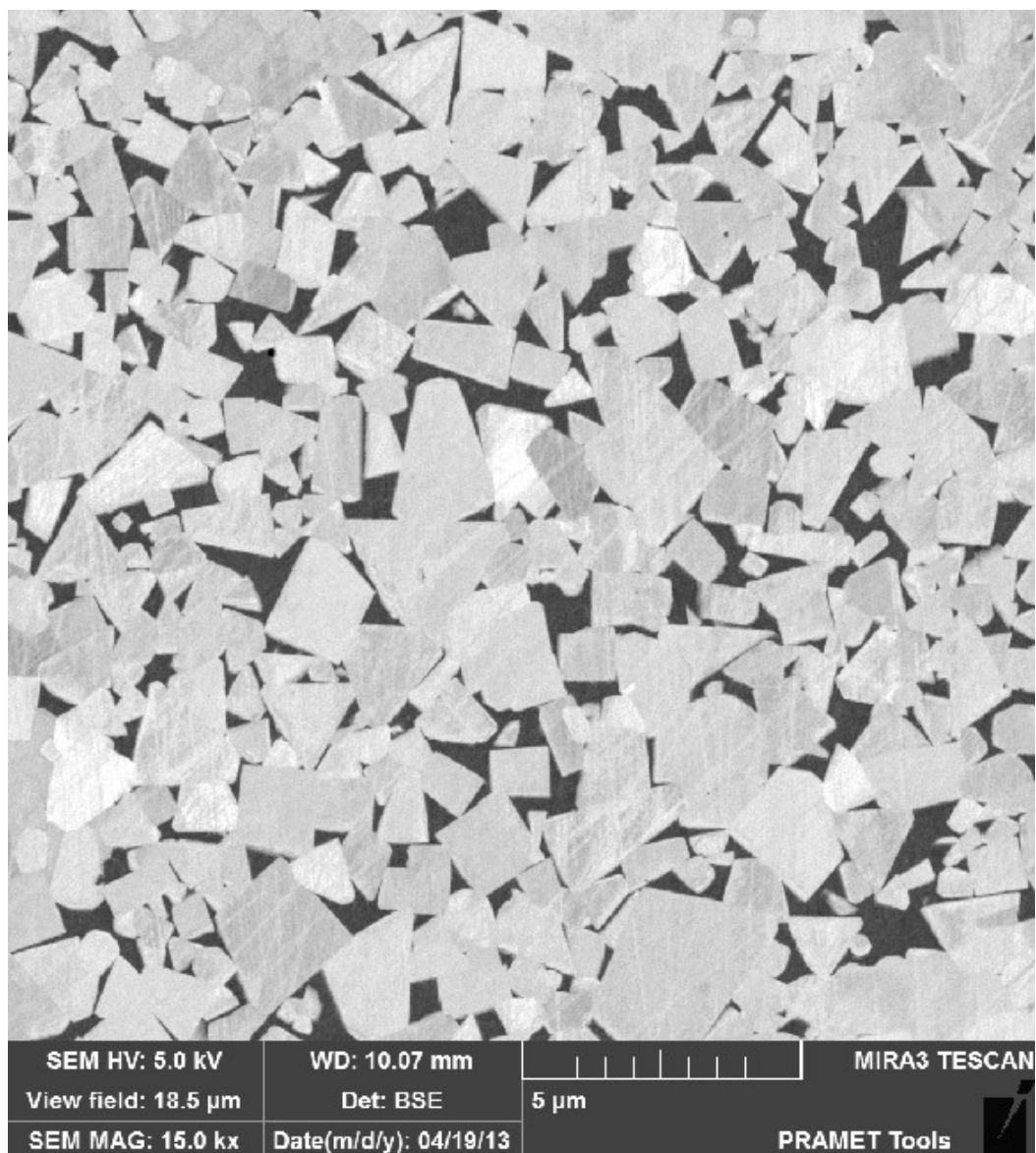
Hustota -  $14,5 \pm 0,04$  [g/cm<sup>3</sup>]

HC -  $12,3 \pm 0,8$  [kA/m]

$\alpha$ -fáze - 1,2-2µm, stopy 5µm

HV30 - 1250-1350

PQ při HV30 - 1400-2100



Obrázek 13 – Zobrazení struktury vzorku F

#### **Vlastnosti a chemické složení vzorku G**

Podíl Co - 10,5 [% hmotnosti]

Hustota -  $14,51 \pm 0,06$  [g/cm<sup>3</sup>]

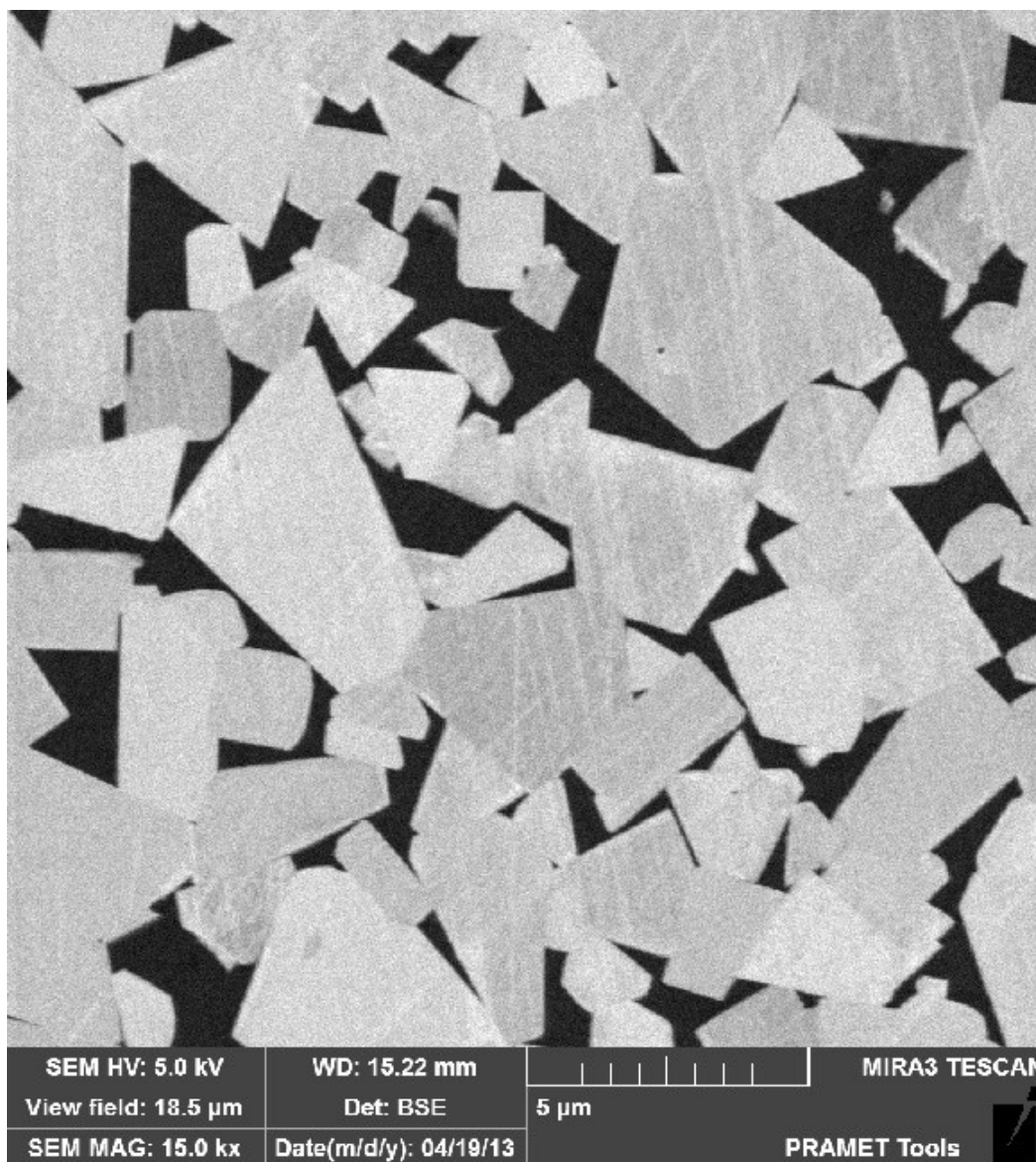
HC –  $7,3 \pm 0,6$  [kA/m]

$\alpha$ -fáze - 2-5µm, výskyt 6µm

HV30 - 1130-1230

PQ při HV30 - 2850-4250





Obrázek 14 – Zobrazení struktury vzorku G

## 2.5 Měření

### 2.5.1 Nastavení měřicího přístroje

**Zapnutí a nastavení počítače** – po zapnutí počítače je nutné nastavit parametry měření:

- HV – nastavení měření tvrdosti podle Vickerse
- F – nastavení zatížení (HV10, HV 30)
- V – nastavení zvětšení objektivu (až 200x)

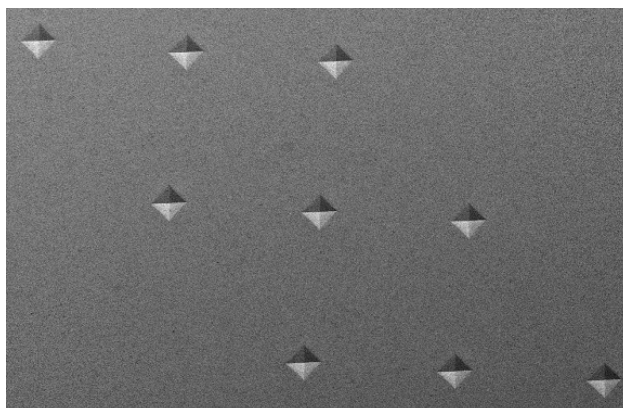
**Zapnutí a nastavení přístroje na měření tvrdosti** – tvrdoměr se zapne otočným vypínačem (aus-hell), jímž se zároveň nastavuje intenzita osvětlení objektivu. Zatěžovací závaží na tvrdoměru je potřeba nastavit na požadované zatížení (HV10, HV30). Otočením měřicího zařízení doraz doleva umístíme měřící hrot nad mikrometrický stolek. Pod hrot vložíme etalonovou destičku a na ni ocelovou měrku (2,5mm) pro správné nastavení vzdálenosti vzorku od měřicího hrotu. Na hlavním stavěcím šroubu tvrdoměru povolíme aretaci a nastavíme vzdálenost měřicího hrotu tak, aby se téměř dotýkal ocelové měrky. Po nastavení se aretace opět utáhne. Měřicí zařízení se přesune na doraz doprava (objektivem nad etalonovou destičku) a vyjmeme ocelovou měrku, již jsme odměřovali vzdálenost. V okuláru zaostříme nitkový kříž a na levé straně objektivu zaostříme na povrch etalonové destičky<sup>[4]</sup>.

**Nastavení nuly v počítači** – šrouby na otočné hlavě okuláru se nastaví nitkový kříž tak, aby se nitky překrývaly. Na klávesnici počítače se stiskne klávesa ZERO. Tím se vzdálenost načte jako nulová<sup>[4]</sup>.

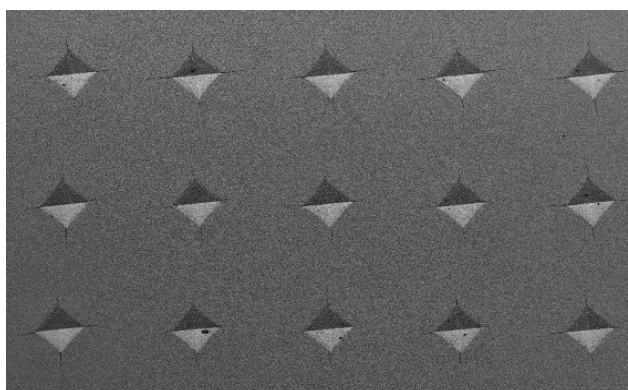
**Kontrola tvrdoměru pomocí kontrolního vzorku** – na kontrolním vzorku najdeme vhodné místo pro kontrolní vpich. Páčku uvolňující závaží přesuneme k sobě, tím hrot sjede ke vzorku a začne jej nastavenou silou zatěžovat. Po uplynutí potřebné doby (10-15s), se páčka přesune od sebe, zatěžování se ukončí a hrot zvedne. Měřicí hlava se přesune doprava a v okuláru si pomocí mikrometrických šroubů umístíme provedený vpich doprostřed zorného pole. Otočením hlavy okuláru srovnáme vodorovnou čáru v objektivu s nejbližší úhlopříčkou vpichu. Stavěcími šrouby pro pohyb nitkového kříže nastavíme levou a pravou nitku tak, aby se těsně dotýkala v rozích vpichu. Na počítači stiskneme klávesu d1\_d2. Tím se načte vzdálenost první úhlopříčky do počítače. Hlavu okuláru otočíme o 90° a vzdálenost druhé úhlopříčky změříme stejným způsobem. Opětovným stisknutím klávesy d1\_d2 na počítači se na displeji objeví naměřená tvrdost. Naměřenou tvrdost porovnáme s hodnotou tvrdosti etalonové destičky. Naměřená hodnota by se měla pohybovat v rozmezí +/- 2% z hodnoty tvrdosti etalonové destičky. Jakákoliv nepravidelnost tvaru vpichu je důkaz o špatné funkci hrotu. Pokud zkouška hrotu toto potvrdí, měření již nelze provádět a je potřeba vyměnit hrot<sup>[4]</sup>.

### 2.5.2 Vlastní měření

Vlastní měření testovaných vzorků bylo provedeno stejným postupem, jakým se měřila tvrdost na kontrolním vzorku. Před měřením se všechny destičky vzorkových materiálů rozdělily vždy na 2 části o stejné velikosti. Na části vpravo bylo provedeno měření pro hodnotu zatížení HV30. Na části vlevo bylo provedeno měření pro hodnotu HV10. Počet provedených vpichů do zkušebních materiálů se pohyboval v rozmezí mezi 9-15. 9 zkušebních vpichů bylo provedeno u materiálů, kde nebyl předpoklad, pro velký rozptyl naměřených hodnot. Naopak 15 vpichů bylo provedeno u vzorků s předpokladem větších odlišností naměřených hodnot. Aby byly naměřeny hodnoty z co největší plochy destičky (kvůli vyloučení jevů, jež mohly lokálně ovlivnit naměřenou tvrdost), prováděly se vpichy následně: při provedení 9 zkušebních vpichů se vpichy prováděly způsobem zobrazeným na obr. 14, při provedení 15 zkušebních vpichů se vpichy prováděly způsobem zobrazeným na obr. 15.



Obrázek 14 – rozmístění při provedení 9 zkušebních vpichů

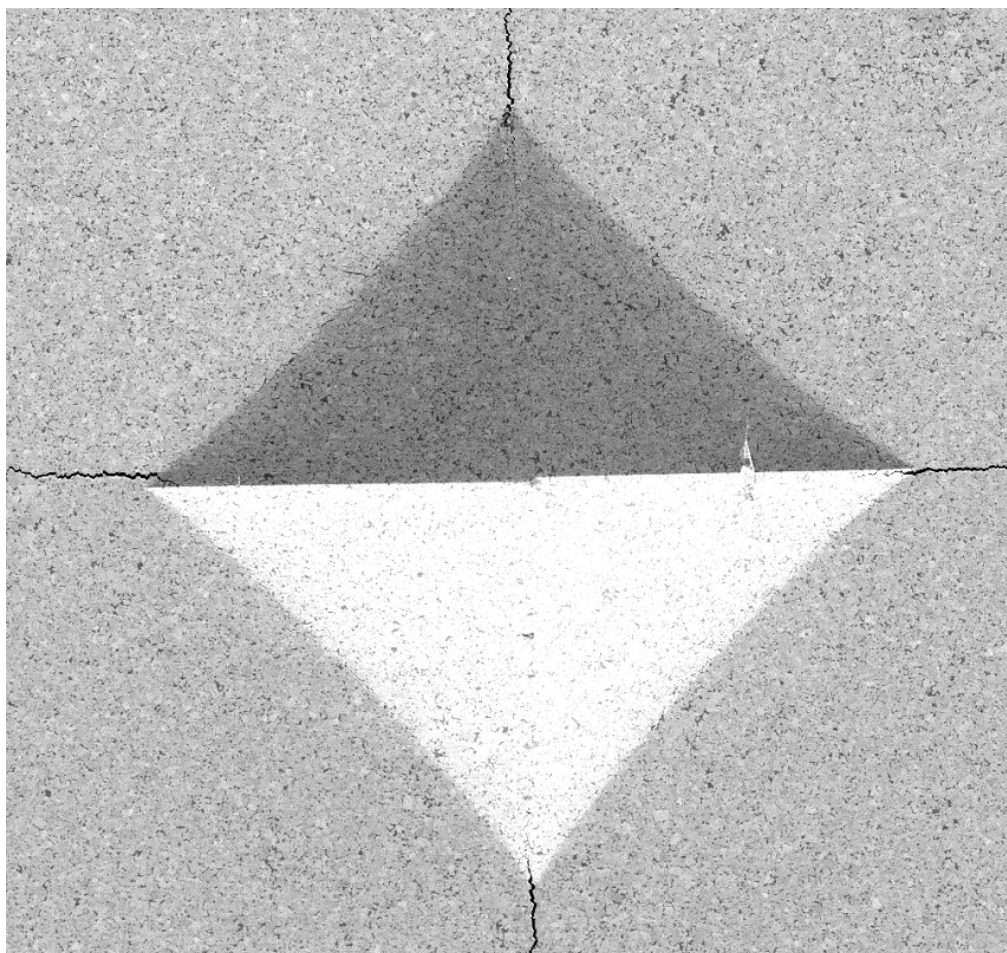


Obrázek 15 – rozmístění při provedení 15 zkušebních vpichů

Naměřená hodnota zkušebních vpichů byla zapsána a následně přeměřena na elektronovém mikroskopu. Naměřené hodnoty jsou zaneseny v následujících tabulkách.

Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
A	1	1733	1741	1710	1673
A	2	1708	1737	1691	1662
A	3	1733	1749	1696	1682
A	4	1728	1748	1702	1656
A	5	1728	1754	1704	1652
A	6	1711	1760	1700	1673
A	7	1714	1747	1697	1662
A	8	1713	1765	1707	1682
A	9	1730	1768	1704	1662
A	10	1720	1761	1694	1679
A	11	1722	1781	1697	1654
A	12	1729	1760	1700	1673
A	13	1732	1773	1717	1644
A	14	1717	1770	1700	1662
A	15	1724	1753	1681	1662
Průměrná hodnota tvrdosti		1723	1758	1700	1665

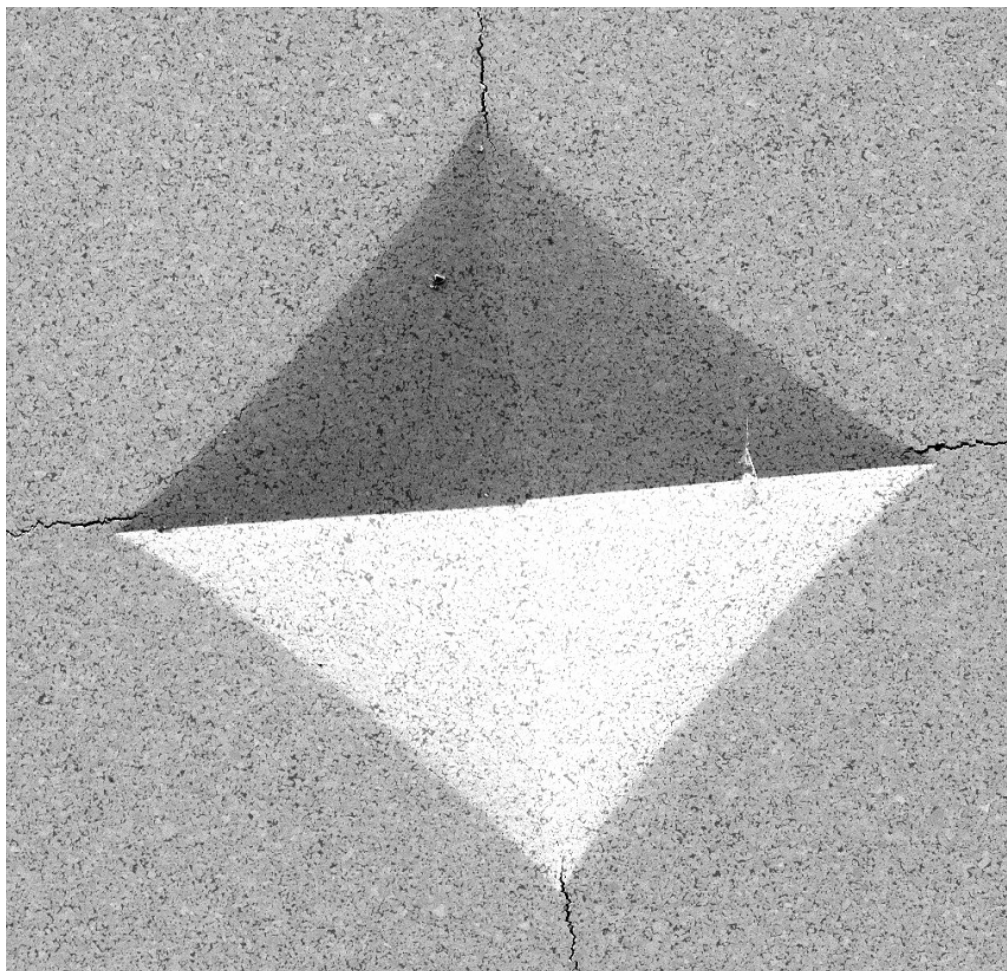
Tabulka 4 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu A



Obrázek 16 – zobrazení vpichu do materiálu A při HV 10

Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
B	1	1615	1613	1580	1545
B	2	1619	1620	1592	1548
B	3	1631	1610	1592	1562
B	4	1635	1601	1567	1546
B	5	1635	1613	1566	1530
B	6	1625	1615	1551	1532
B	7	1631	1624	1583	1540
B	8	1634	1625	1570	1540
B	9	1620	1618	1580	1552
B	10	1620	1607	1576	1540
B	11	1637	1622	1558	1538
B	12	1640	1646	1576	1550
B	13	1636	1644	1577	1547
B	14	1627	1646	1567	1535
B	15	1641	1643	1567	1536
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1630</b>	<b>1624</b>	<b>1573</b>	<b>1542</b>

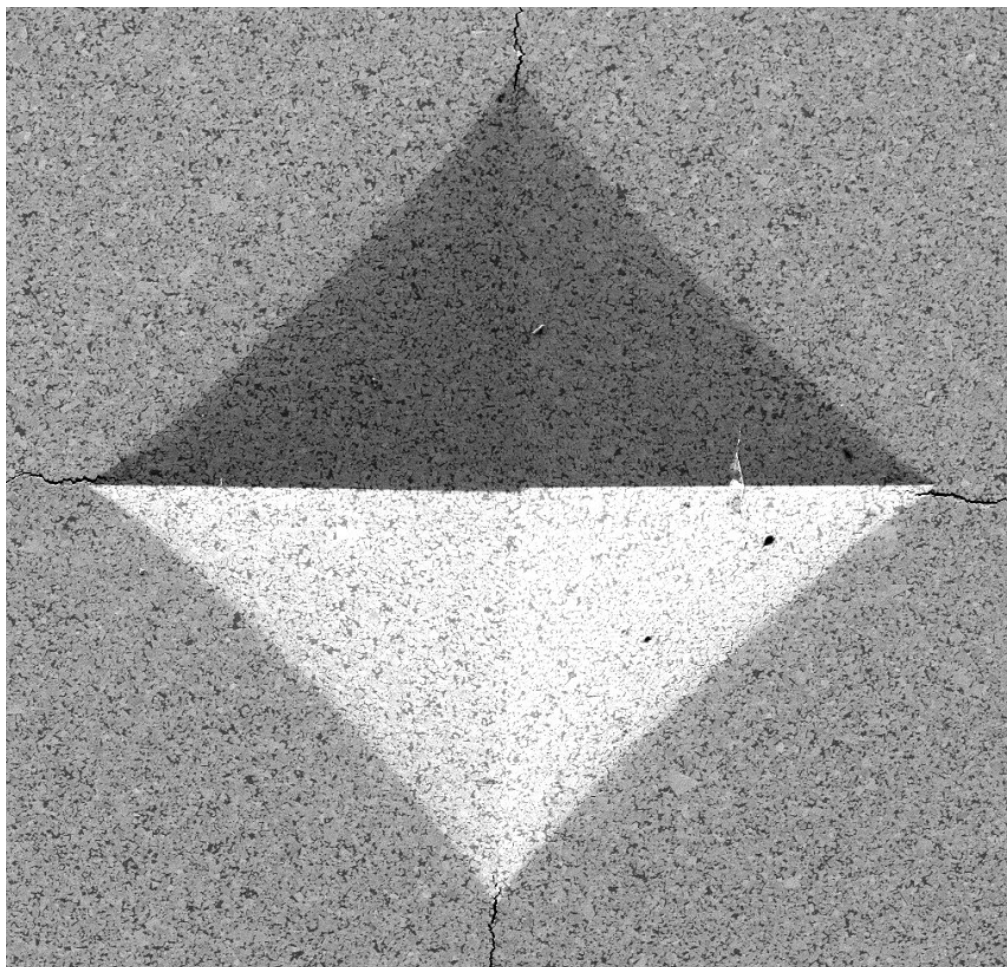
Tabulka 5 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu B



Obrázek 17 – zobrazení vpichu do materiálu B při HV 10

Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
C	1	1466	1500	1447	1429
C	2	1456	1491	1432	1429
C	3	1480	1487	1450	1446
C	4	1463	1491	1436	1432
C	5	1462	1497	1423	1417
C	6	1471	1493	1445	1428
C	7	1465	1504	1460	1437
C	8	1482	1516	1439	1423
C	9	1460	1509	1460	1427
C	10	1473	1503	1449	1440
C	11	1456	1510	1439	1410
C	12	1472	1503	1440	1425
C	13	1465	1503	1442	1439
C	14	1470	1513	1441	1436
C	15	1468	1508	1446	1443
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1467</b>	<b>1502</b>	<b>1443</b>	<b>1431</b>

Tabulka 6 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu C

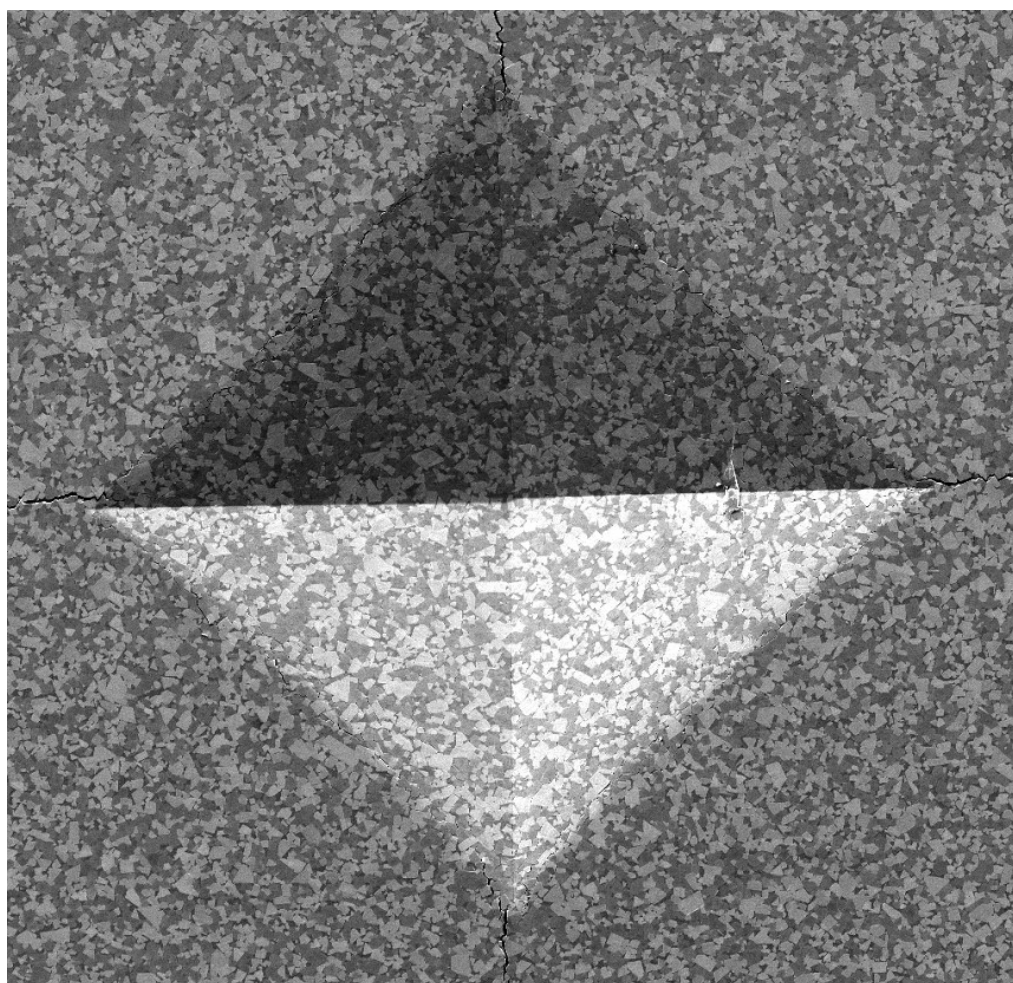


Obrázek 18 – zobrazení vpichu do materiálu C při HV 10



Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
D	1	1488	1560	1434	1417
D	2	1484	1564	1432	1417
D	3	1485	1551	1445	1395
D	4	1479	1555	1426	1432
D	5	1477	1545	1446	1440
D	6	1484	1523	1422	1430
D	7	1473	1534	1454	1443
D	8	1474	1543	1437	1424
D	9	1487	1538	1455	1449
D	10	1484	1549	1439	1453
D	11	1479	1538	1444	1439
D	12	1484	1560	1441	1414
D	13	1490	1551	1450	1407
D	14	1485	1559	1449	1444
D	15	1484	1557	1456	1433
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1482</b>	<b>1549</b>	<b>1442</b>	<b>1429</b>

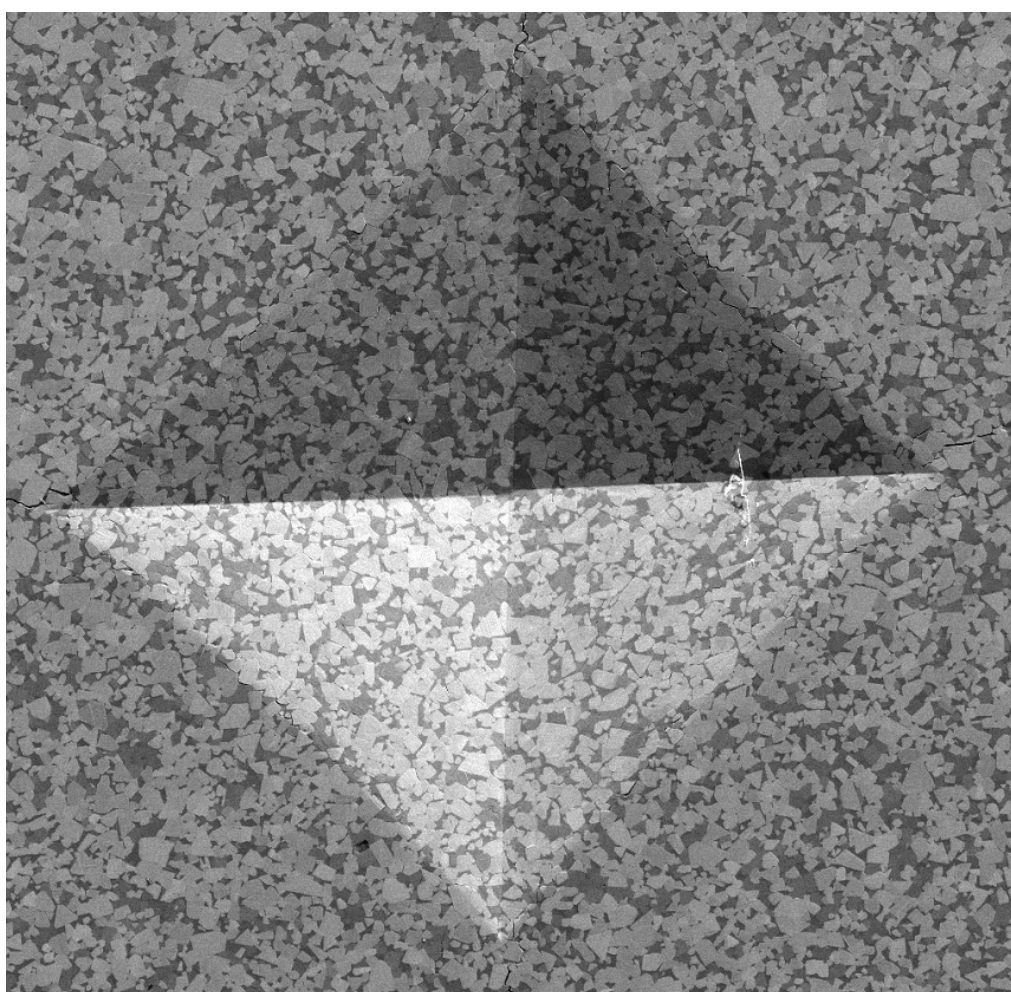
Tabulka 7 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu D



Obrázek 19 – zobrazení vpichu do materiálu D při HV 10

Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
E	1	1312	1322	1289	1266
E	2	1320	1318	1280	1239
E	3	1322	1338	1291	1241
E	4	1339	1360	1291	1265
E	5	1350	1360	1292	1245
E	6	1318	1348	1304	1261
E	7	1320	1348	1309	1275
E	8	1332	1366	1304	1258
E	9	1328	1364	1301	1257
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1327</b>	<b>1348</b>	<b>1296</b>	<b>1256</b>

Tabulka 8 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu č. 354

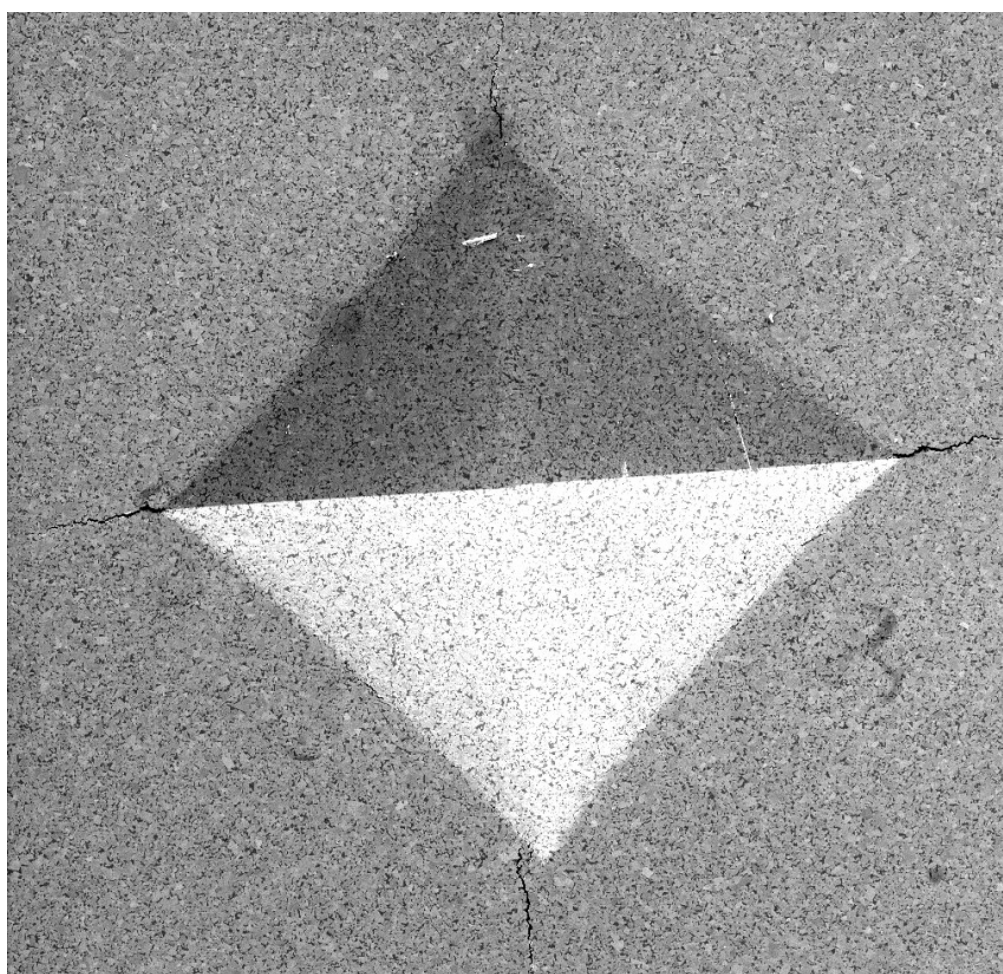


Obrázek 20 – zobrazení vpichu do materiálu E při HV 10



Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
F	1	1337	1363	1329	1299
F	2	1333	1364	1322	1292
F	3	1344	1374	1317	1306
F	4	1347	1384	1310	1294
F	5	1373	1396	1323	1301
F	6	1364	1390	1323	1292
F	7	1361	1384	1330	1301
F	8	1357	1381	1330	1288
F	9	1365	1388	1335	1287
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1353</b>	<b>1381</b>	<b>1324</b>	<b>1296</b>

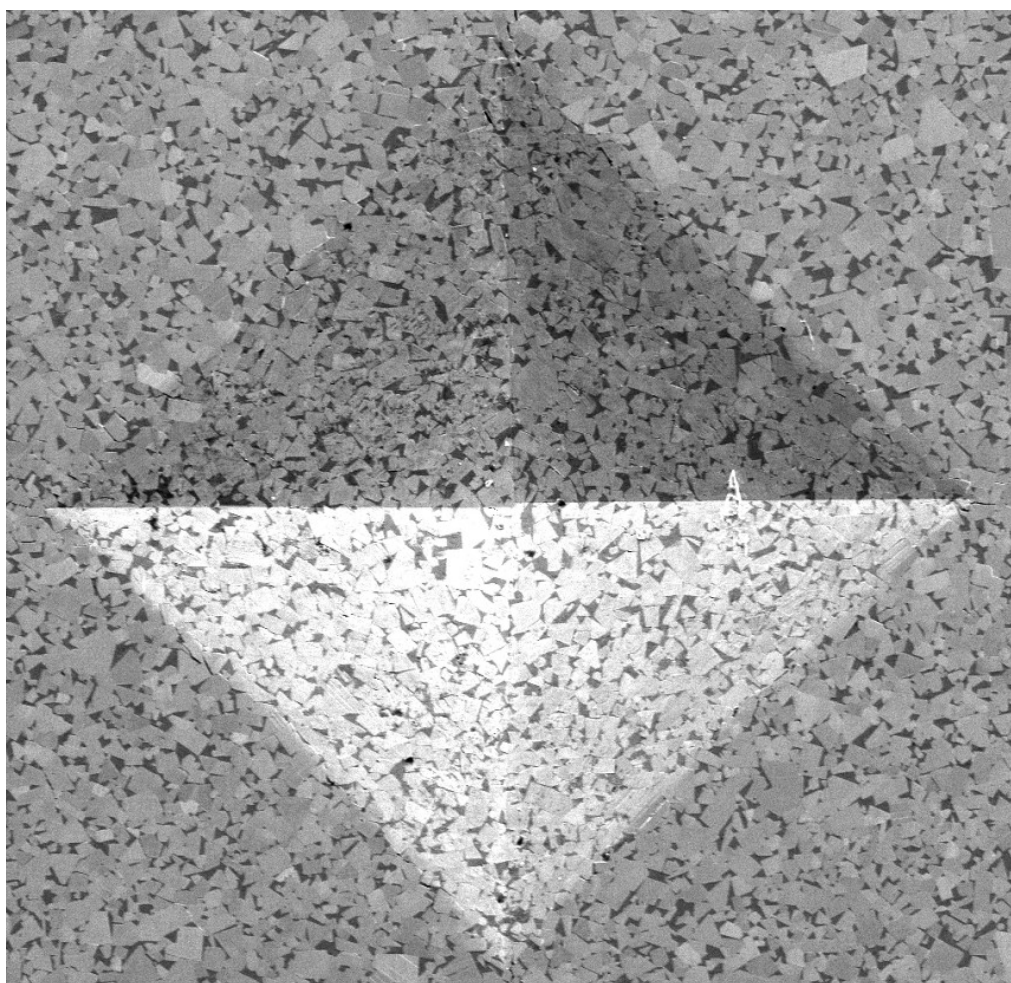
Tabulka 9 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu F



Obrázek 21 – zobrazení vpichu do materiálu F při HV 10

Materiál	Číslo vpichu	HV30		HV 10	
		Finotest Frank	MIRA 3	Finotest Frank	MIRA 3
G	1	1202	1268	1190	
G	2	1196	1263	1188	
G	3	1208	1239	1171	
G	4	1200	1234	1166	
G	5	1211	1242	1175	
G	6	1213	1252	1193	
G	7	1215	1268	1178	
G	8	1203	1247	1187	
G	9	1211	1248	1175	
G	10	1187	1245	1175	
G	11	1202	1251	1179	
G	12	1207	1254	1191	
G	13	1205	1260	1171	
G	14	1208	1267	1177	
G	15	1201	1255	1169	
<b>Průměrná hodnota tvrdosti</b>		<b>1205</b>	<b>1253</b>	<b>1179</b>	

Tabulka 10 – naměřené hodnoty tvrdosti u materiálu G



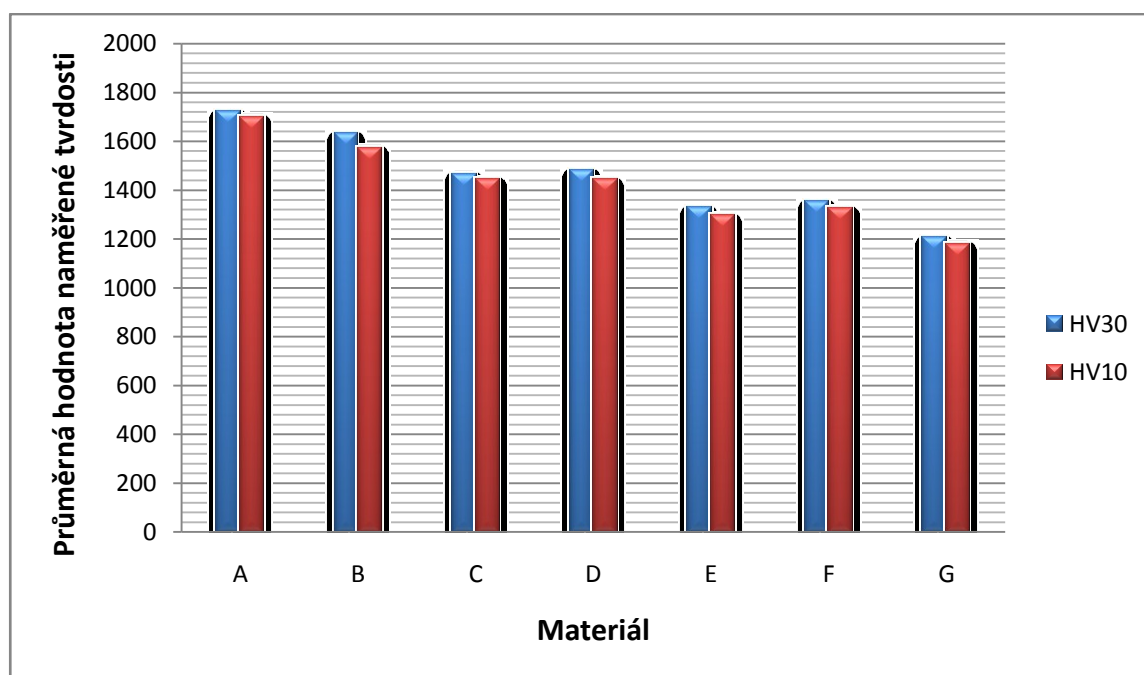
Obrázek 22 – zobrazení vpichu do materiálu G při HV 10

### 2.5.3 Vyhodnocení naměřených hodnot

V této části vyhodnocuji a porovnávám naměřené hodnoty u jednotlivých vzorků. Z grafu 1 a 2 a tabulek 11 a 12 je patrné, že průměrné hodnoty tvrdosti naměřené u daných vzorků jsou při zatížení HV30 vždy vyšší oproti zkušebnímu zatížení HV10.

materiál	průměr hodnot tvrdosti naměřených na tvrdoměru		rozdíl v hodnotě tvrdosti u naměřených hodnot	průměrná naměřená tvrdost u HV10 oproti HV30 [%]
	měření dle HV30	měření dle HV10		
<b>A</b>	1723	1700	23	98.67
<b>B</b>	1630	1573	57	96.50
<b>C</b>	1467	1443	24	98.36
<b>D</b>	1482	1442	40	97.30
<b>E</b>	1327	1296	31	97.66
<b>F</b>	1353	1324	29	97.86
<b>G</b>	1205	1179	26	97.84
<b>průměrný rozdíl naměřených hodnot</b>	–	–	32.9	97.74

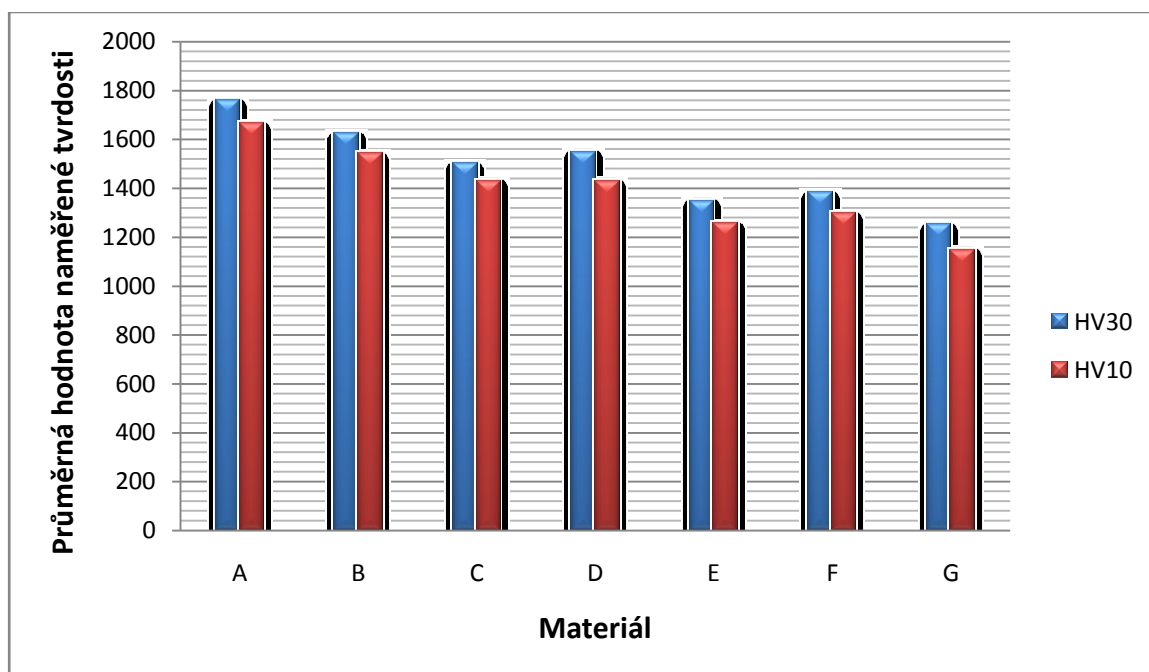
Tabulka 11 – průměrné hodnoty tvrdosti naměřené tvrdoměrem



Graf 1 – průměrné hodnoty tvrdosti naměřené tvrdoměrem

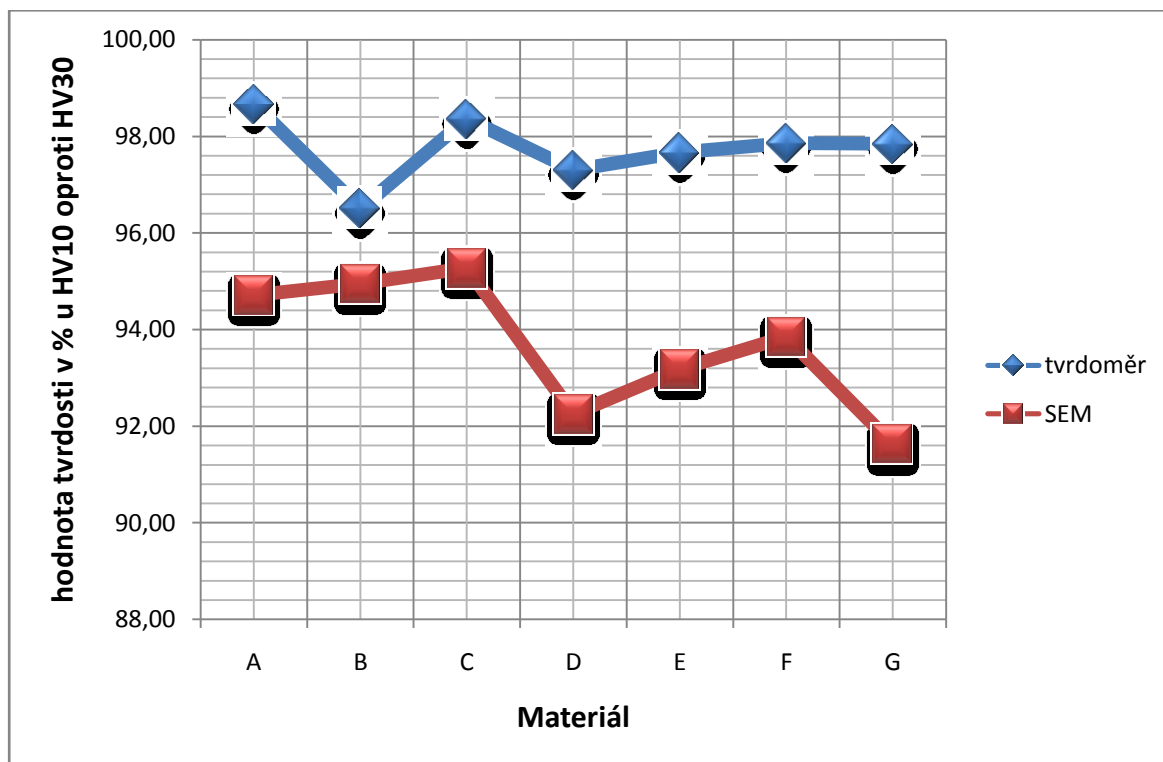
materiál	průměr hodnot tvrdosti naměřených na SEM		rozdíl v hodnotě tvrdosti u naměřených hodnot	průměrná naměřená tvrdost u HV10 oproti HV30 [%]
	měření dle HV30	měření dle HV10		
A	1758	1665	93	94.71
B	1624	1542	82	94.95
C	1502	1431	71	95.27
D	1549	1429	120	92.25
E	1348	1256	92	93.18
F	1381	1296	85	93.85
G	1253	1148	105	91.62
průměrný rozdíl naměřených hodnot	–	–	92.6	93.69

Tabulka 12 – průměrné hodnoty tvrdosti naměřené SEM



Graf 2 – průměrné hodnoty tvrdosti naměřené SEM

Dle grafu 3 a hodnot zanesených v tabulkách 11 a 12 lze snadno zjistit, že rozmezí hodnot naměřených při zkušebním zatížení HV10 se pohybuje mezi 96,5-98,67% (průměrně 97,74%) hodnot naměřených při zatížení HV30 na tvrdoměru a mezi 91,62-95,27% (průměr 93,69%) na SEM. V hodnotách tvrdosti je tento rozdíl mezi 23-57 (průměr 32,9) u tvrdoměru a 71-120 (průměr 92,6) u SEM.



Graf 3 – rozdíl naměřené tvrdosti HV10 oproti HV30 v %

Odchytky naměřených hodnot mezi přístrojem na měření tvrdosti a rastrovacím elektronovým mikroskopem mohou být způsobeny touto příčinou: u tvrdoměru je snadnější dosáhnout nedokonalého srovnání nitek s úhlopříčkami zkušebního vpichu, což je způsobeno daleko menším zvětšením a méně dokonalým zobrazením vpichů v okuláru na tvrdoměru, než u SEM. Ze stejného důvodu jsou hranice úhlopříček zkušebních vpichů v okuláru tvrdoměru méně rozeznatelné a při nastavení vzdáleností úhlopříček nitkovým křížem může tudíž snáze dojít k odchylce.

### 3 ZÁVĚR

V teoretické části této bakalářské práce jsem se věnoval slinutým karbidům od druhů výchozích materiálů, přes základní strukturu až k jejich, chemickým a mechanickým vlastnostem. Dále také způsobům, kterými lze vylepšit jejich tvrdost, jako jsou např. povlakování.

Cílem bylo porovnat u vybraných typů slinutých karbidů, jaký vliv má při měření tvrdosti dle Vickerse rozdílné zatížení indentoru na naměřenou tvrdost. Zatěžování probíhalo při dvou rozdílných zatíženích a to HV10 a HV30. Tato zkouška probíhala dle normy ISO 3878 „Zkouška tvrdosti podle Vickerse“.

V experimentální části byla provedena série měření tvrdosti u vybraných materiálů. Měření nejdříve probíhalo na přístroji na měření tvrdosti a následně byly naměřené hodnoty překontrolovány na rastrovacím elektronovém mikroskopu při vhodném zvětšení detailů.

Při vyhodnocení naměřených hodnot jsem zjistil, že naměřené hodnoty při zkušebním zatížení HV10 byly menší oproti hodnotám při zatížení HV30.

## 4 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] *Značení slinutých karbidů*. Pramet Tools, s.r.o. [online]. Dostupné z [www.<http://www.pramet.com/cz/ke-stazeni.html>](http://www.pramet.com/cz/ke-stazeni.html)
- [2] HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM publishing, s.r.o., 2008, 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [3] ČSN EN 23878. *Tvrdokovy – zkouška tvrdosti podle Vickerse (ISO 3878:1983)*. Český normalizační institut. Praha 11/1995, 8 s.
- [4] *Pokyny pro práci s přístrojem „FINOTEST FRANK 38540“*. Pramet Tools, s.r.o., 8 s.
- [5] *Rastrovací elektronový mikroskop MIRA3 FEG SEM – návod k obsluze*. Tescan, a.s. Brno 2011, 40 s.
- [6] HUMÁR, A. *Slinuté karbidy a řezná keramika pro obrábění*. Brno: CCB spol. s.r.o., 1995, 265 s. ISBN 80-85825-10-4.